

СВЕРХМЕЛКОЕ ЗЕРНО В МЕТАЛЛАХ





КОНТРОЛЬНЫЙ ЭКЗЕМПЛЯР

Ultrafine-Grain Metals



EDITORS

JOHN J. BURKE

*Staff Scientist, Army Materials and
Mechanics Research Center*

VOLKER WEISS

Professor, Syracuse University

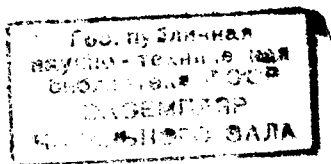
SYRACUSE UNIVERSITY PRESS

СВЕРХМЕЛКОЕ ЗЕРНО В МЕТАЛЛАХ

Перевод с английского
В. В. РОМАНЕЕВА и А. А. ГРИГОРЬЯНА

Под редакцией
Л. К. ГОРДИЕНКО

МОСКВА «МЕТАЛЛУРГИЯ» 1973



73 - 33750

Д4

10435

АННОТАЦИЯ

В сборнике помещены обобщенные экспериментальные данные по методам получения сверхмелкого зерна в металлах и сплавах, проанализировано влияние такого зерна на механические свойства и рассмотрены различные механизмы пластической деформации и разрушения сверхмелкозернистых материалов. Даны сведения по практическому использованию явления сверхпластичности в сплавах со сверхмелким зерном и новым приемам формирования изделий из сверхпластичных материалов.

Сборник предназначен для научных и инженерно-технических работников, а также может быть использован студентами, специализирующимися по металлофизике, металлловедению и обработке металлов давлением.

© Издательство «Металлургия» 1973

С $\frac{0311-152}{040(01)-73}$ 98-73

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
От редактора русского издания	7
Прочностные свойства металлов со сверхмелким зерном. <i>Р. В. Армстронг.</i> (пер. В. В. Романеева)	11 ✓
Получение сверхмелкозернистой структуры металлов и сплавов при кристаллизации. <i>Г. С. Коул, Г. Ф. Боллинг.</i> (пер. А. А. Григорьяна)	41
Получение сверхмелкозернистых сплавов методом контролируемого легирования. <i>Э. П. Абрахамсон.</i> (пер. А. А. Григорьяна)	82
Мелкозернистые металлокерамические металлы и сплавы. <i>Ф. В. Ленел.</i> (пер. В. В. Романеева)	90
Получение мелких когерентных выделений по механизму спинодального распада. <i>Дидье де Фонтейн.</i> (пер. В. В. Романсева)	101
Регулирование размера зерна термоциклированием. <i>Л. Ф. Портер, Д. С. Добковски.</i> (пер. В. В. Романеева)	135
Рекристаллизация и измельчение зерна. <i>Р. Х. Кейн, Н. Дж. Грант.</i> (пер. В. В. Романеева)	164
Пластичность сплавов со сверхмелким зерном. <i>В. Б. Моррисон, Р. Л. Миллер.</i> (пер. В. В. Романеева)	181 ✓
Модель деформационного упрочнения для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения металлов. <i>Х. Конрад.</i> (пер. А. А. Григорьяна)	206 ✓
Влияние величины зерна на усталость. <i>Р. М. Пелло.</i> (пер. А. А. Григорьяна)	220
Межзеренное разрушение. <i>Е. У. Харт.</i> (пер. А. А. Григорьяна)	232 ✓

- ✓ Роль границ зерен в процессе роста трещин. *В. В. Герберих, В. Ф. Заккей, Е. Р. Паркер, Д. Портер.* (пер. А. А. Григорьяна) 243
- ✓ Теория диффузионного течения мелкозернистых материалов с неньютоновской вязкостью. *А. Карим.* (пер. А. А. Григорьяна) 275
- ✓ Современное состояние практического применения сверхпластичности. *Т. Дж. Хедли, Д. Калиш, И. И. Андервуд.* (пер. В. В. Романеева) 300
- ✓ Формирование изделий из листов сверхпластичных мелкозернистых сплавов. *Д. Л. Холт.* (пер. А. А. Григорьяна) 329
- Железохромоникелевые сплавы со структурой «микродуплекс». *Р. К. Гибсон, Дж. Х. Брофи.* (пер. А. А. Григорьяна) 347
- ✓ Поведение сверхпластичного сплава при циклическом деформировании. *Дж. В. Эдрич, Д. Х. Эвери.* (пер. В. В. Романеева) 364

Металлы и сплавы со «сверхмелким» зерном¹ обладают резко повышенной прочностью при низких (криогенных) температурах, однако в области предплавленных температур, когда существенно возрастает роль диффузионных процессов, прочность таких материалов становится намного ниже прочности материалов с обычным и (тем более) крупным размером зерна. Но наиболее интересной особенностью металлов и сплавов со сверхмелкозернистой структурой является поведение их пластических свойств: при определенных температурно-скоростных условиях деформирования они обладают повышенной склонностью к проявлению эффекта сверхпластичности.

В сборник помещены статьи ряда ведущих зарубежных ученых — металлофизиков и технологов. Кроме изложения металлургических методов измельчения зерна, приведен анализ поведения металлов с такой измельченной макроструктурой в области проявления эффектов сверхпластичности. Поэтому книгу следовало бы назвать «Сверхмелкое зерно и сверхпластичность в металлах», однако строгое отношение к пунктуальности перевода не позволяет ввести такое смысловое уточнение.

Материал книги можно разделить на три следующие самостоятельные темы.

Методы получения сверхмелкого зерна. Представлено несколько наиболее перспективных направлений. Прежде всего, это чисто металлургические методы, основанные на варьировании условий кристаллизации расплавов (статьи Г. Коула, Г. Боллинга, Э. Абрахамсона). Мелкозернистая структура при этом может быть получена за счет: а) повышения скорости зарождения центров кристаллизации в результате изменения температурных условий затвердевания; б) специального легирования расплава и введения в него элементов-модификаторов; в) воздействия внешних силовых полей на кристаллизующуюся систему, в частности на топологию поверхности раздела жидкой и твердой фаз.

¹ Более корректным является применение термина «ультрамелкое зерно», однако здесь и далее выражение «сверхмелкое зерно» будет использовано как традиционно принятое в технической литературе.

Естественно, что эти методы относятся к получению исходных (литых) структур. Следующая группа методов измельчения кристаллитов в сплавах связана с использованием различных термомеханических обработок, в том числе методов ступенчатых деформаций и термоциклирования (Н. Грант, Л. Портер, Д. Добковский). Особая группа методов относится к получению мелкозернистых металлокерамических материалов, в которых необходимый эффект достигается диспергированием окисной фазы, сдерживающей рост зерна в металлической матрице, или распылением расплавленного металла, когда каждая распыленная частица становится микрослитком со сверхмелкозернистой структурой быстро кристаллизующегося расплава. Полученный таким способом металлический порошок является сырьем для последующего приготовления сплава методами порошковой металлургии.

Особое внимание в данном разделе книги уделено получению сверхмелких когерентных выделений в бинарных сплавах по механизму спинодального распада. По этому вопросу изложены современные взгляды на теоретические аспекты данного явления и корреляцию механических свойств со спинодальной структурой (статья Д. Фонтейна).

Поведение механических свойств мелкозернистых материалов. Большое внимание уделено поведению пластических и прочностных свойств материала при варьировании температурно-скоростных условий механического нагружения, анализу механизмов деформации, а также вязкому и хрупкому разрушению. Использован современный способ изучения кинетики разрушения — акустический метод измерения волн напряжений, испускаемых при скачкообразном движении трещин, позволивший установить существование нераспространяющихся хрупких микротрещин (статья В. Гербериха).

Фундаментальными работами данного раздела являются статьи Р. Армстронга и Х. Конрада, в которых рассмотрены модели зернограницного упрочнения и разупрочнения в области низких и высоких температур применительно к материалам со сверхмелким зерном. Х. Конрадом предложена модель деформационного упрочнения для объяснения влияния размера зерна на напряжения течения и зависимости плотности дислока-

ций от напряжения и степени деформации. Продолжением данных работ является статья Р. Пелло, который рассмотрел влияние величины зерна на сопротивляемость материалов усталости, а также работа Дж. Элдрича и Д. Эвери, изучивших поведение сверхпластичного сплава при циклическом деформировании.

Современное состояние практического применения эффектов сверхпластичности. Представлены способы формоизменения материала, основанные на эффекте сверхпластичности, методы облегчения силовых режимов обработки давлением (статьи Т. Хедли и др.; Д. Холта, Р. Гибсона и Х. Брофи). Данный раздел книги имеет особо важное значение, так как в настоящее время практически все известные металлические сплавы рассматриваются как потенциально сверхпластичные.

Следует отметить одно важное обстоятельство в историческом аспекте развития проблемы сверхмелкого зерна и сверхпластичности, решение которой обуславливает реализацию неиспользуемых резервов повышения деформационной способности металлов и сплавов. В статьях зарубежных авторов, как правило, ссылки на наиболее ранние работы по сверхпластичности датируются началом 60-х годов. Однако этот эффект был систематически исследован пятнадцатью годами ранее А. А. Бочваром и З. А. Свидерской, которые ввели термин «сверхпластичность». С тех пор проводится детальное изучение данного эффекта в нашей стране.

Достаточно указать, что к настоящему времени имеются работы, в которых дается теоретический анализ явления сверхпластичности, условий его проявления и практического применения материалов со сверхмелким зерном и сопутствующих им эффектов в металлообработке и машиностроении. К ним относятся работы следующих авторов: А. А. Преснякова («Сверхпластичность металлов и сплавов», М., «Наука», 1969; «Физическая природа аномалий пластичности у металлических сплавов», Изд-во АН КазССР, 1963), К. А. Осипова («Некоторые активируемые процессы в твердых металлах и сплавах». Изд-во АН ССР, 1962; «Вопросы теории жаропрочности металлов и сплавов». Изд-во АН ССР, 1960), А. С. Тихонова («Деформируемость металлов и бинарных сплавов». М., «Наука», 1971; «Элементы физико-химической теории деформируемости сплавов. М.,

«Наука», 1972), М. Х. Шоршорова и др. («Термопластическое упрочнение мартенситных сталей и титановых сплавов». М., «Наука», 1971; «Сверхпластичность металлических материалов». М., «Наука», 1973), оригинальные работы, выполненные Я. М. Охрименко, О. М. Смирновым, Л. М. Утевским, А. П. Гуляевым, В. Г. Григоровичем.

В этих работах, кроме ранних теорий сверхпластичности (растворно-осадительный механизм А. А. Бочвара, теория метастабильности А. А. Преснякова), высказаны принципиально новые соображения об эффекте сверхпластичности при его рассмотрении с позиций теории диффузии, кинетической теории дислокаций и электронной теории металлов. К. П. Гуровым и А. С. Тихоновым предложена оригинальная трактовка данного явления, основанная на существовании флуктуационных зародышей новой фазы.

Отечественным исследователям принадлежит приоритет в области создания методов соединения металлических сплавов с использованием эффекта сверхпластичности (интенсификация процессов твердофазной сварки), в разработке новых типов композиционных материалов, обработке давлением с высокими степенями обжатия труднодеформируемых материалов, в упрочнении сплавов на основе титана и в других исследованиях и технологических разработках.

Таким образом, интерес советских исследователей и инженеров к проблеме получения материалов со сверхмелким зерном и к проблеме сверхпластичности разнообразен и последователен. В связи с этим выход в свет новой книги зарубежных авторов по данной актуальной проблеме весьма своевременен, прежде всего с точки зрения скорейшей реализации потенциальных ресурсов улучшения свойств и обрабатываемости металлических материалов.

Докт. техн. наук Л. К. Гордиенко

Р. В. АРМСТРОНГ

ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ СО СВЕРХМЕЛКИМ ЗЕРНОМ

В настоящее время имеются экспериментальные доказательства того, что сверхмелкозернистые металлы могут выявлять чрезвычайно высокие уровни прочности при криогенных температурах и очень низкие прочностные свойства при температурах, близких к температуре плавления.

При низких температурах с уменьшением размера зерна увеличиваются предел текучести, предел прочности, твердость и усталостная прочность. Теоретическая оценка низкотемпературной прочности показала, что некоторые континуальные анализы нельзя использовать при расчетах. Кроме того, при этом имеются большие различия в дискретных дислокационных моделях для процессов текучести и разрушения кристаллов. При высоких температурах уменьшение размера зерна обычно сказывается в разупрочнении границ зерен и, как следствие, вызывает повышение скорости пластической деформации при постоянно приложенном напряжении. Оценка теоретической прочности при высоких температурах весьма сомнительна по ряду причин, главным образом из-за трудности описания характеристик структуры границ зерен и анализа процессов деформации на границах зерен.

Многочисленные экспериментальные данные свидетельствуют о том, что прочность отожженных металлов, испытанных при достаточно низких температурах, когда переносом массы путем диффузии можно пренебречь, возрастает с измельчением зерна [1—14]. Упрочнение, обусловленное непосредственно измельчением зерна, можно выявить при испытании механических свойств. Обычно средний диаметр зерна находится в интервале от 1 мкм до 10 мкм; с уменьшением размера зерна в этом интервале предел текучести [1—4], напряжение течения при различных значениях деформации [5—7], предел

прочности [4, 5, 8], твердость [9—12] и усталостная прочность [13—14] ряда металлов и сплавов возрастают. Измерения четко показали, что практически важной причиной, обуславливающей получение материалов с измельченным зерном, является улучшение их прочностных свойств.

Влияние размера зерна на прочностные свойства материалов при высоких температурах (т. е. когда диффузионные процессы играют важную роль в механизмах пластической деформации) будет прямо противоположно описанному [1, 15]. В этом случае материалы с мелким зерном будут менее прочными, чем с крупным. Для оценки зависимости прочности металлов от размера зерна в определенной температурной области были проведены некоторые измерения характеристик прочности. Ранние эксперименты по влиянию размера зерна на прочностные свойства при низких температурах позволили установить, что при определенных условиях (при достаточно высоких температурах) материал с более мелким зерном был менее прочным, чем с крупным зерном [1]. В работе [15] испытания на ползучесть проводили при постоянном напряжении на образцах с разным размером зерна, изменяющимся в широком интервале. Было показано, что минимальная скорость ползучести возрастает с уменьшением размера зерна в области мелкого зерна. Эти данные можно рассматривать как пример разупрочнения, обусловленного измельчением зерна. Относительно недавние результаты испытаний [16, 17] на растяжение металлов, выявляющих сверхпластичное поведение, также показали, что в образцах с более измельченным зерном для достижения постоянного значения напряжения требуются значительно большие скорости деформации.

Несомненно, существуют определенные практические ситуации, в которых следует стремиться только к измельчению зерна в материалах для того, чтобы они были менее прочными при использовании при высоких температурах. Однако во многих случаях будут рассмотрены такие преимущества мелкозернистых материалов, благодаря которым материал может легко деформироваться при высоких температурах с большими степенями деформации, а затем тот же материал благодаря мелкому зерну будет показывать высокую прочность

при использовании его в низкотемпературных назначениях.

В настоящее время нет хорошо развитой теории, которая могла бы количественно оценить влияние размера зерна на низко- или высокотемпературную прочность. Наиболее совершенная теория, предложенная для прочностных свойств материала при низких температурах, связывает влияние размера зерна с концентрацией напряжения в индивидуальных полосах скольжения, активируемых сдвиговой компонентой приложенного напряжения [2—7, 18, 19]. Эта теория базируется на представлении о том, что границы зерен в поликристалле действуют обычно как главные барьеры для распространения дислокационного скольжения и двойникования, т. е. для внутризеренных механизмов деформации; кроме того, полагают, что внутренняя концентрация напряжения, требующаяся для текучести и последующего пластического течения или разрушения, не зависит от размера зерна. Исходя из этих предпосылок, в любой модели, основывающейся на концентрационном характере напряжения в полосе скольжения, зависимость напряжения сдвига τ от протяженности полосы скольжения или среднего диаметра зерна l можно написать в виде:

$$\tau = \tau_0 + k_s l^{-1/2}, \quad (1)$$

где τ_0 — напряжение сдвига, необходимое для того, чтобы вызвать скольжение в отсутствие сопротивления со стороны границ зерен;
 k_s — величина концентрации напряжения, генерируемой у вершины полосы скольжения [2—4, 18, 19].

Полагают, что наблюдение макроскопического пластического течения в объеме материала более полно отображает картину микроскопического течения. Таким образом, в процессе объемной деформации поликристалла напряжение течения должно быть достигнуто фактически внутри всех зерен материала и на достаточном количестве деформационных систем внутри каждого зерна для поддержания локальной непрерывности пластической деформации внутри зерен. Такое рассмотрение включает в себя расчет среднего ориентационного фактора m , который требуется для трансформации действующих систем скольжения внутри зерен в систему координат тензора объемной деформации. Исходя из этих рассмотрений, значение τ в уравнении (1) связано с внешним приложенным напряжением σ , согласно данным работ [20—22], соотношением

$$\sigma = m\tau, \quad (2)$$

если предполагать, что каждое зерно поликристалла деформируется так же, как и объем материала. Значения m были найдены расчетом для определенных типов структур поликристаллов. Для структур с г. ц. к. решеткой $m=3,1$ [20], а с о. ц. к. решеткой $m \approx 2,9$ [23]. Весьма приближенное значение $m \approx 6,5$ было получено для металлов с гексагональной плотноупакованной решеткой [7].

Для понимания даже в простейшем виде процесса пластического течения в поликристаллическом агрегате требуется учет двух главных положений. Для индивидуальных полос скольжения необходима концентрация внутренних напряжений сдвига, чтобы снять

ограничение, обусловливаемое конечным объемом зерен, как это представлено уравнением (1), и эти напряжения сдвига должны быть связаны с приложенным напряжением при условии сохранения непрерывности деформации внутри материала, которое отражено в уравнении (2). Комбинация уравнений (1) и (2) дает зависимость напряжение — размер зерна [7—24]:

$$\sigma = m\tau_0 + mk_s l^{-1/2}. \quad (3)$$

Для текучести величина τ_0 должна быть взята как приведенное напряжение сдвига для пластического течения в монокристалле, подвергнутом деформации по многим системам скольжения [25]. Обычно это напряжение несколько выше критического приведенного напряжения сдвига для начала пластического течения только в одной деформационной системе монокристалла. Сравнение уравнения (3) с различными экспериментальными данными, устанавливающими зависимость предела текучести в г. ц. к. и о. ц. к. металлах, а также в металлах с гексагональной плотноупакованной решеткой, подтверждает справедливость специфичных аспектов теории для этого соотношения. Полученное экстраполяцией значение напряжения течения поликристалла для гипотетического бесконечного размера зерна ($l^{-1/2}=0$) обычно обозначается как σ_0 . Значение σ_0 согласуется с экспериментальными величинами критического приведенного напряжения сдвига в монокристаллах магния [5, 26], алюминия [8], α -железа [27] и патронной латуни [28].

Зависимость предела текучести поликристалла от размера зерна отображается коэффициентом наклона k_y , который определяется теоретически, согласно уравнению (3), как

$$k_y = mk_s. \quad (4)$$

Следовательно, k_y будет велико, если достижимы исключительно высокие значения m и (или) k_s . Для сталей и некоторых о. ц. к. металлов экспериментально показано, что большие значения k_s обусловлены главным образом упрочняющим эффектом сегрегаций примесей внедрения на границах зерен. Без этого основного эффекта, связанного с сегрегацией примесей внедрения, значение k_s в о. ц. к. металлах не должно значительно отличаться от значений k_s в чистых г. ц. к. металлах, так как расчетные значения m в них отличаются незначительно. Это теоретическое соображение было подтверждено низкими величинами экспериментально измеренного значения k_y в обезуглероженном железе [7, 29].

С другой стороны, можно полагать, что некоторые растворенные атомы, сегрегируя на границах зерен в г. ц. к. сплавах, будут обуславливать высокие значения k_y в структурах такого типа. Этим, вероятно, объясняются высокие экспериментальные значения k_y в патронной латуни. Металлы с гексагональной плотноупакованной решеткой должны иметь значительно более высокие значения k_y вследствие того, что высокие значения m и k_s в них теоретически обоснованы. Большие значения m в этих металлах разумно ожидать вследствие небольшого числа систем легкого скольжения. Высокие значения k_s можно частично обосновать тем, что в областях границ зерен необходимы достаточно высокие значения критического приведенного напряжения сдвига, чтобы скольжение происходило в затрудненных для деформации плос-

костях и обеспечивало бы непрерывность пластической деформации. Вследствие этого значения k_y в чистых металлах с гексагональной плотноупакованной решеткой будут выше, чем в чистых о. ц. к. металлах [7, 26]. Температурная зависимость k_y в поликристаллическом магнии согласуется с независимыми измерениями критического приведенного напряжения сдвига, требующегося для призматического скольжения в системе $\{1010\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ [26], которое, согласно предварительному металлографическому исследованию, должно играть важную роль в аккомодации пластического течения между зернами.

Другие более косвенные измерения подтверждают определенные аспекты теории, на которой базируется уравнение (3). Зависимость поведения стали при деформационном старении от размера зерна согласуется с моделью диффузии атомов углерода к границам зерен поликристалла [30]. Высокая микротвердость на границах зерен в стали [31], молибдене [32], ниобии [32] и никеле [33] является экспериментальным подтверждением наличия сегрегаций растворенных атомов. Считают, что в ниобии возможна предпочтительная сегрегация растворенных атомов на границах субзерен, что делает их главными препятствиями для полос скольжения даже в поликристаллическом материале [34]. Результаты измерений высокой микротвердости границ субзерен в ниобиевых монокристаллах [35] подтверждают это предположение.

Напряжения хрупкого [4, 5] и пластичного [8, 36] разрушения в о. ц. к., г. ц. к. и г. п. у. металлах также зависят от обратной величины корня квадратного из размера зерна согласно уравнению:

$$\sigma_F = \sigma_{0F} + k_F l^{-1/2}, \quad (5)$$

где k_F , σ_{0F} — экспериментальные константы.

Значение k_F для процесса разрушения было точно оценено из дислокационной теории для модели зарождения нестабильной трещины:

$$k_F \geq \left[\frac{6\pi G\gamma}{(1-\nu)} \right]^{1/2}, \quad (6)$$

где G — модуль сдвига;
 γ — поверхностная энергия материала;
 ν — коэффициент Пуассона [37].

Приблизительно такой же результат был получен при более точных расчетах [38]. Согласно дислокационной теории, k_F должно быть больше k_y , так как для зарождения нестабильной трещины требуется более высокая концентрация внутренних напряжений, чем для зарождения пластического течения. Это положение было четко подтверждено в ряде случаев [4, 5, 8, 36] и вследствие этого температура перехода из вязкого состояния в хрупкое в отожженных о. ц. к. и г. п. у. металлах должна снижаться при измельчении зерна [26, 39]. Обычно считают, хотя возможны и исключения, что деформационное упрочнение материала слабо зависит от размера зерна [7] и различие между k_y и k_F отражается в увеличении пластичности с измельчением зерна. Потенциальная возможность повышения прочности и пластичности при измельчении зерна в материалах делает перспективным получение мелкозернистых материалов.

В работе [19] было проведено детальное исследование с целью теоретической оценки точных параметров в уравнениях (3) — (6). Основное внимание при этом было уделено точной оценке значений k в различных дислокационных моделях. Из уравнений (3) и (5) следует, что даже малые изменения в любом из расчетных значений k сильно влияют на значение σ , если такая оценка сделана для мелкого зерна. При очень малом размере зерна влияние концентрации напряжений от каждой дислокации в индивидуальной полосе скольжения становится важным и количественно. Эффективное напряжение сдвига τ_e , требующееся для достижения концентрации напряжения сдвига τ^* у вершины полосы скольжения, зависит от числа дислокаций n в полосе скольжения. Для случая неограниченной длины прямых дислокаций одного знака, лежащих в плоской полосе скольжения [40, 41]:

$$\tau_e = \frac{\tau^*}{n}. \quad (7)$$

Для обычного интервала размеров зерна и напряжений течения величина n изменяется от 100 до 1000. Относительное изменение напряжения при добавлении каждой дислокации к полосе скольжения можно получить из уравнения (7) в виде:

$$\frac{\Delta\tau_e}{\tau_e} = -\frac{1}{n}. \quad (8)$$

При малых значениях n , например порядка 10, существенное изменение τ_e происходит при каждом дискретном значении n [42]. Предсказание таких значительных изменений напряжения увеличивает возможность выявления дискретной природы индивидуальных дислокаций при проведении измерений прочности в материалах с очень мелким зерном. С этой целью полезно проведение испытаний на растяжение хрупких металлов с мелким зерном на микродеформационных машинах.

Предшествующий анализ показал, что с теоретической точки зрения очень важно исследовать низкотемпературные прочностные свойства материалов со сверхмелким зерном:

1) для определения, является ли действительно справедливой зависимость от $l^{-1/2}$;

2) чтобы дифференцировать различные дислокационные модели, предложенные для объяснения значений k , измеренных при обычных размерах зерна;

3) чтобы иметь возможность различить влияние индивидуальных дислокаций на верхний предел прочностных свойств, которые теоретически обоснованы для материалов со сверхмелким зерном.

Свойства упрочненного состояния, обусловленного измельчением зерна

Напряжение течения и напряжение вязкого разрушения для рекристаллизованного серебра технической чистоты были определены в интервале диаметров зерна

примерно до 1 мкм включительно, как показано на рис. 1. На этом же рисунке показаны дополнительные экспериментальные точки, взятые из ранних измерений в обычном интервале размеров зерна [43]. Измерение зависимости напряжения течения — размер зерна при

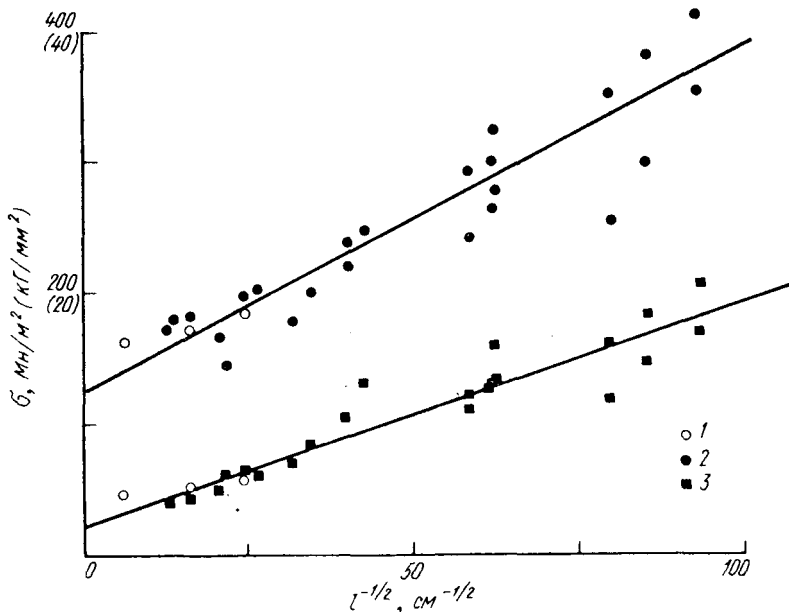
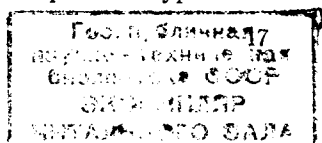


Рис. 1. Зависимость предела текучести и разрушающего напряжения от размера зерна:

1 — данные Каррекера; 2 — предел прочности; 3 — предел текучести.

5 и 20% деформации (новые данные на рис. 1) позволило определить значение k_ϵ (наклон зависимости напряжения течения в функции $l^{-1/2}$ при данной деформации ϵ), довольно близкое к значению исходного предела текучести. Эти измерения показали, что значение k_y не зависит от точности определения предела текучести и что деформационное упрочнение влияет главным образом на величину $\sigma_{0\epsilon}$. Большее значение k_F по сравнению с k_y обусловлено заметным увеличением равномерного удлинения с измельчением зерна. Данные для предела прочности и предела текучести серебра, взятые из справочника, соответствуют приблизительно средним уровням



напряжения, близким к данным на рис. 1 [44]. Однако напряжение течения и разрушающее напряжение в материале со сверхмелким зерном в три раза выше этих значений и повышение характеристик прочности обусловлено измельчением зерна. Новые значения k для серебра не являются исключительно высокими, как и в

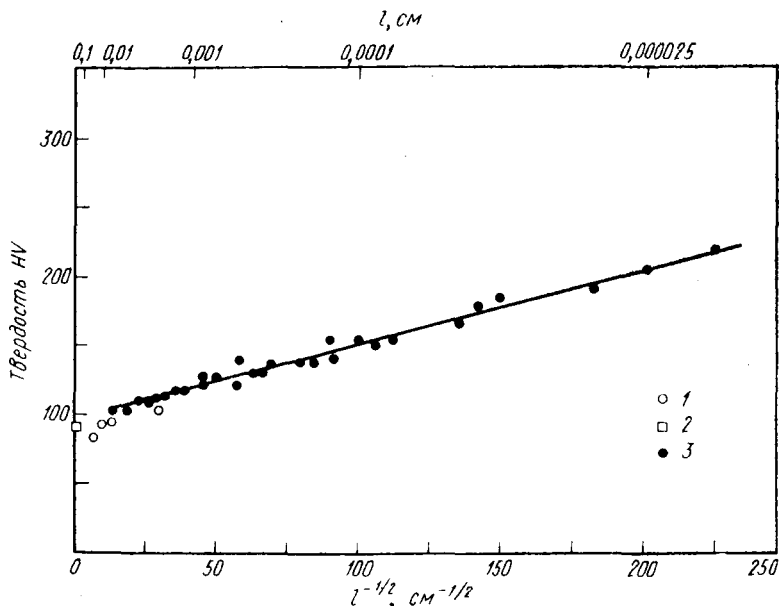


Рис. 2. Зависимость твердости α -титана от размера зерна по данным Холдена и др. (1); Чуркмена (2); Ху и Клайна (3)

других номинально чистых г. ц. к металлах, и значительно большего упрочнения в том же интервале размеров зерна можно ожидать в менее чистых г. ц. к., о. ц. к. металлах и металлах с гексагональной плотноупакованной решеткой.

Повышение твердости α -титана с уменьшением размера зерна в области сверхмелкого зерна показано на рис. 2 [45]. Величина твердости, измеренной алмазной пирамидой H , удовлетворяет соотношению:

$$H = H_0 + k_H l^{-1/2}, \quad (9)$$

где H_0 и k_H — экспериментальные константы.

Данные, приведенные на рис. 2, относятся к более широкому интервалу размеров зерна по сравнению с ранними измерениями. Например, эти данные можно сравнить с дополнительными экспериментальными точками, которые показаны на рис. 2 для поликристаллического материала с размером зерна в обычном интервале [47]. Для монокристалла измерение твердости показано при $l^{-1/2} = 0$ [48]. Из этих данных следует, что наблюдается корреляция между твердостью и зависимостью напряжения течения — размер зерна при определенном характеристическом значении деформации для напряжения течения [10, 12]. Таким образом, данные, приведенные на рис. 2, позволяют сделать вывод о том, что напряжение течения и предел прочности в α -титане можно значительно повысить путем измельчения зерна. Этот вывод хорошо согласуется с недавними экспериментальными данными для α -титана с размером зерна в обычном диапазоне [49].

При сравнительно малых размерах зерна в низкоуглеродистой стали предел усталости зависит от размера зерна. Напряжение σ_{FL} , ниже которого усталостное разрушение не происходит, повышается при измельчении зерна. На рис. 3 показано, что экспериментальные точки для σ_{FL} удовлетворяют соотношению [14]:

$$\sigma_{FL} = \sigma_{0FL} + k_{FL} l^{-1/2}, \quad (10)$$

где экспериментальные константы σ_{0FL} и k_{FL} больше или меньше, чем σ_{0y} и k_y , соответственно, для того же материала. Величина k_{FL} для серебра на 50% больше значения k_y (см. рис. 1) и примерно равна значению k_y в чистом железе, не имеющем резкого предела текучести [7]. Для сравнения на рис. 3 показаны дополнительные экспериментальные кривые для армко-железа [50]. Из этих кривых видно, что предел усталости меньше предела текучести только при малых размерах зерна [51—53]. В промежуточном интервале размеров зерна предел усталости и предел текучести армко-железа примерно одинаковы. При больших размерах зерна, когда, возможно, только несколько зерен в образце подвергаются высоким напряжениям, напряжение усталости может быть выше предела текучести в поликристалле, так же как напряжения усталости в моно-

кристалле¹ выше критического приведенного напряжения сдвига [53].

Интервал значений предела текучести, достигнутый в железе и сталях с различной микроструктурой, показан на рис. 4. Здесь τ , среднее значение прочности при

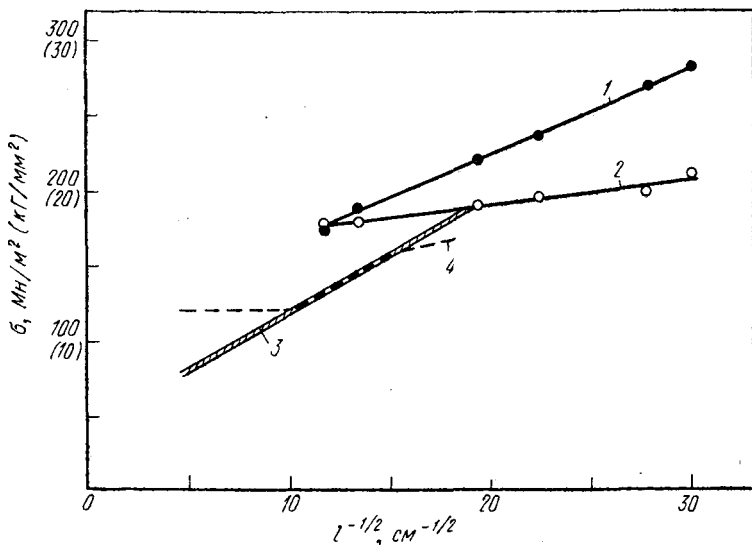


Рис. 3. Изменение предела усталости железа и стали в зависимости от размера зерна и размеров испытанных образцов:

1, 2 — низкоуглеродистая сталь; 3, 4 — железо.

сдвиге в кристаллах железа, содержащих углерод [53], и значение прочности при сдвиге в железных усах [54] отнесены к значению теоретической прочности при сдвиге совершенного кристалла [55], полученному в самых последних расчетах. Эти данные представлены в функции обратной величины корня квадратного из отношения диаметра образцов t , деленного на величину вектора Бюргерса b ($a/2$) $\langle 111 \rangle$ дислокации. Полоса данных для отожженной углеродистой стали [56] соответствует уровням прочности сдвига, определенным из отношения σ_y/m , где $m=2,9$. В этом случае расчеты прочности проведены при содержаниях углерода в стали до 0,2% (по массе).

¹ Lipsitt H. A. Ph. D. Thesis, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh, 1955—1956.

Приведенные на рис. 4 результаты для перлитной проволоки, подвергнутой холодному волочению с большими обжатиями, были получены при допущении, что межпластинчатое расстояние в эвтектоиде является эффективным размером зерна, как было предложено авторами работы [57]. Уровень прочности перлитной про-

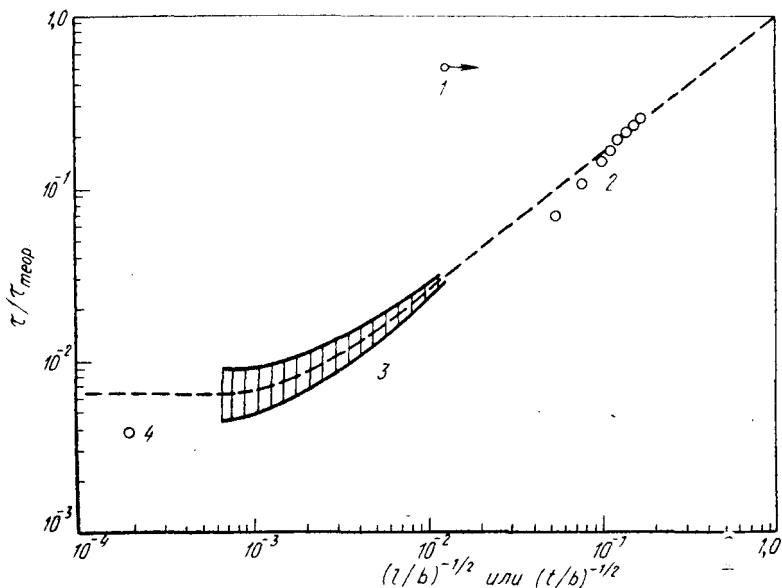


Рис. 4. Зависимость прочности при сдвиге кристаллов α -железа и сталей от размера зерна и размера образцов:

1 — усы железа; 2 — проволока из перлитной стали; 3 — низкоуглеродистая сталь; 4 — монокристаллы железа с углеродом.

волокни с минимальным размером зерна примерно в 70 раз выше, чем у монокристалла железа, содержащего углерод. Такое значительное упрочнение трудно объяснить каким-либо другим фактором, кроме измельчения зерна. Однако прочность перлитной проволоки на 60% ниже максимальной прочности, полученной на усах железа (см. рис. 4). Эти данные указывают на то, что исключительно высокие уровни прочности можно получить в нитевидных кристаллах (в усах). Экстраполяция кривой напряжение — размер зерна на рис. 4 показывает, что верхний предел теоретического значения пре-

дела текучести может быть достигнут, если размер зерна на поликристалла будет уменьшен до межатомных расстояний.

Зависимости нижнего предела текучести, напряжения течения при различных значениях деформации и истинного напряжения пластического разрушения от $l^{-1/2}$ для обычного интервала размеров зерна показаны на

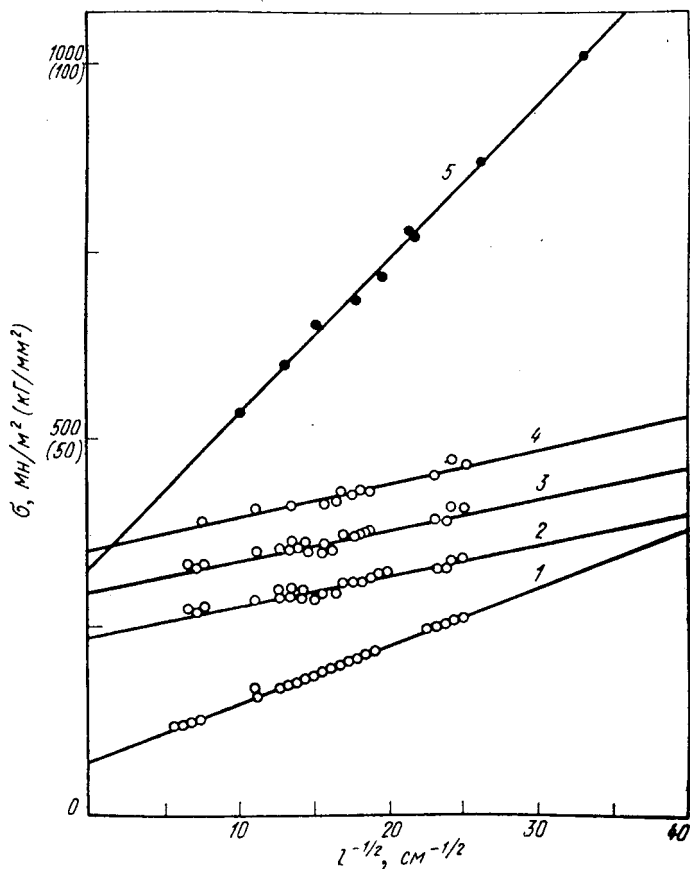


Рис. 5. Зависимость предела текучести (1), напряжения течения (2-4) и напряжения разрушения (5) низкоуглеродистой стали от размера зерна:

1-4 — данные Петча; 5 — данные Армстронга и др.

Степень деформации, %:

1 — минимальная; 2 — 5; 3 — 10; 4 — 18; 5 — максимальная

рис. 5 [7,36]. Данные зависимости нижний предел текучести — размер зерна согласуются с данными, приведенными на рис. 4. Значения напряжения пластического разрушения справедливы для трехосного напряженного

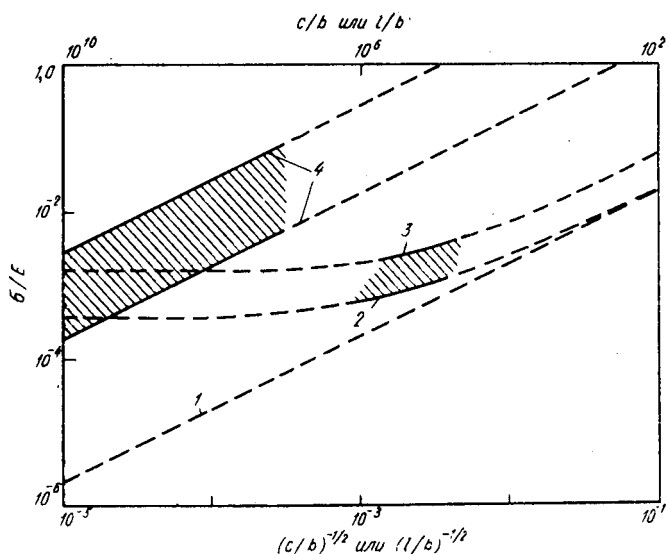


Рис. 6. Влияние размера трещины и размера зерна на прочность стали (разрушающее напряжение Гриффитса):

$$\begin{aligned}
 1 - \frac{\sigma}{E} &= \left[\frac{4\gamma}{\pi(1-\nu^2)Eb} \right]^{1/2} \left(\frac{c}{b} \right)^{-1/2}; \\
 2 - \frac{\sigma_Y}{E} &= \frac{\sigma_{0Y}}{E} + \left[\frac{k_Y}{Eb^{1/2}} \right] \left(\frac{l}{b} \right)^{-1/2}; \\
 3 - \frac{\sigma_{DF}}{E} &; \\
 4 - \frac{\sigma_F}{F} &= \left[\frac{k_c}{Eb^{1/2}} \right] \left(\frac{c}{b} \right)^{-1/2}.
 \end{aligned}$$

состояния при появлении шейки. Эти значения разрушающего напряжения и соответствующие им значения k незначительно отличаются от данных, полученных для напряжения низкотемпературного хрупкого разрушения малоуглеродистой стали [36]. Кривые изменения нижнего предела текучести и напряжения пластического разрушения на рис. 5 перенесены на поле рис. 6, на котором

значения напряжения, размера зерна или диаметра трещины c показаны в большем масштабе. На этом рисунке даются значения предела текучести и напряжения разрушения при растяжении, деленные на модуль Юнга E . Заштрихованная область между значениями предела текучести и напряжения разрушения дает полный интервал значений напряжений для данных, показанных на рис. 5. Кривые для текучести и разрушения экстраполированы как к очень большим размерам зерна, где напряжения достигают довольно постоянных значений σ_0 (пересечение с осью ординат), так и к размерам сверхмелкого зерна, где заметное упрочнение обусловлено измельчением зерна.

Нижняя пунктирная кривая на рис. 6 относится к напряжению разрушения Гриффитса в малоуглеродистой стали, содержащей обычно замкнутую трещину, согласно отношению

$$\frac{\sigma}{E} = \left[\frac{4\gamma}{\pi(1-\nu)^2 Eb} \right]^{1/2} \left(\frac{c}{b} \right)^{-1/2}, \quad (11)$$

где γ — поверхностная энергия материала.

В малоуглеродистой стали напряжение Гриффитса при измельчении зерна приближается к пределу прочности. Однако в малоуглеродистой стали происходит аномальное падение напряжения Гриффитса вследствие того, что для такого расчета данная модель не применима.

Для образования и распространения трещины в кристаллических материалах обычно требуется перемещение дислокаций. Высокие уровни напряжений необходимы, чтобы разрушение происходило при малых деформациях, так как для движения дислокаций, участвующих в процессе образования трещины, требуется компонента достаточно высокого напряжения; для коалесценции дислокаций в трещины необходимы большие внутренние концентрации напряжения. Заштрихованная область на рис. 6, простирающаяся от оси ординат к большим значениям $(c/b)^{-1/2}$, включает в себя значительный интервал экспериментальных данных, определенных методом механики разрушения на малоуглеродистой стали, содержащей большие трещины [59]. При таком методе оценки напряжение σ_F в материале, содержащем трещину, определяется из соотношения

$$\sigma_F = k_c c^{-1/2}, \quad (12)$$

где k_c обычно можно оценить экспериментально только в небольшом интервале размеров трещины.

Из данных, приведенных на рис. 6, следует, что экспериментальные значения σ_F в большинстве случаев превышают предел текучести малоуглеродистой стали без трещин. Вследствие этого значения напряжения разрушения, близкие к теоретическому пределу прочности в совершенных материалах, например равные $E/30$, можно ожидать в материалах с размерами трещины порядка размера зерна. Это предположение не всегда подтверждается экспериментально или теоретически, и поэтому можно считать, что уравнение (12) практически не применимо для большого интервала размеров трещин в материалах.

Приведем для сравнения механические свойства малоуглеродистой стали с обычным размером зерна ($d=100$ мкм) и гипотетическим ($d=0,1$ мкм):

	$d=100$ мкм	$d=0,1$ мкм
$\sigma_T, \text{ Мн/м}^2 (\text{кг/мм}^2)$	150 (15)	2500 (250)
$\sigma_B, \text{ Мн/м}^2 (\text{кг/мм}^2)$	550 (55)	7000 (700)
HB	95	500
$\sigma_y, \text{ Мн/м}^2 (\text{кг/мм}^2)$	150 (15)	750 (75)

Механические свойства малоуглеродистой стали определены для образцов с размером зерна 100 мкм и экстраполированы к размеру зерна 0,1 мкм.

Пределы текучести, прочности и усталости в сверхмелкозернистом материале получены путем экстраполяции результатов, приведенных на рис. 3 и 5. Данные измерения твердости по Бринелю получены путем экстраполяции результатов недавних измерений, которые эквивалентны результатам определения твердости по Виккерсу [12]. Из приведенных данных видно, что экстраполированные прочностные свойства сверхмелкозернистого материала значительно выше, чем у того же материала с обычным размером зерна. Эти прочностные свойства можно реализовать при условии, что в материале отсутствуют такие дефекты, которые превышают размер зерна.

Зависимость теоретической прочности от размера сверхмелкого зерна

Соотношение напряжение — размер зерна, данное уравнением (1), обычно получают теоретически заменой в уравнении (7) соответствующего соотношения, включающего в себя напряжение и длину скольжения n , т. е. число дислокаций в скоплении. Таким образом, для простого дислокационного скопления, включающего в себя дислокации только одного знака [18], можно записать:

$$n = \frac{\pi \alpha \tau_e x_{n-1}}{Gb}, \quad (13)$$

где x_{n-1} — положение последней дислокации в затор-
моженном ряду;

α — равно единице для винтовых дислокаций и равно $1-\nu$, отношению Пуассона, в случае краевых дислокаций.

Другие принятые в уравнении (13) обозначения описаны ранее. Комбинация уравнений (7) и (13) при приравнении τ_e к $\tau - \tau_0$ и x_{n-1} к l дает

$$\tau = \tau_0 + \left[\frac{\tau^* Gb}{\pi \alpha} \right]^{1/2} l^{-1/2}. \quad (14)$$

Для пластического течения τ^* равно $m^* \tau_c$, где m^* — ориентационный фактор Саха; τ_c — критическое напряжение сдвига, обуславливающее пластическую деформацию на конце полосы скольжения, так что пластическое течение передается через границу зерна [26]. Для случая разрушения τ^* оценивается как внутренняя концентрация напряжений, требующаяся для образования нестабильной трещины, дальнейшее распространение которой будет происходить по механизму Гриффитса [37, 38].

Соотношение напряжений — размер зерна можно получить другим путем, рассматривая пространство вокруг дислокаций на самом конце дислокационного ряда как полосу скольжения. В этом случае разделение первых двух дислокаций на конце полосы скольжения задается положением первой подвижной дислокации в ряду:

$$x_1 = \frac{1,84Gb}{\pi\alpha n\tau_e}. \quad (15)$$

Соотношение напряжение — размер зерна получают затем, исключая n из уравнений (13) и (15) и полагая, что те же определения для x_{n-1} и τ_e справедливы, так же как в уравнении (14), чтобы получить соотношение [60]:

$$\tau = \tau_0 + \left[\frac{1,36Gb}{\pi\alpha x_1^{1/2}} \right] l^{-1/2}. \quad (16)$$

Значение $x_1 = b$ дает величину k_s , при умножении которой на m получим приемлемое значение k_F в уравнении (6). Для стали значение $x_1 = 10b$, умноженное на m , дает величину k_y в уравнении (4), которая соответствует измеренному значению.

Соотношение напряжение — размер зерна можно также получить на основе механики сплошной среды, если полосу скольжения рассматривать как непрерывное распределение бесконечно малых дислокаций [61, 62]. Этот метод приближения эквивалентен представлению полосы скольжения как сдвиговой трещины. Действительно, модель полосы скольжения в виде вязкой трещины сдвига была впервые предложена для объяснения влияния размера зерна на предел текучести металлов [2]. При таком подходе можно получить аналитические решения для свойств различных типов дислокационных рядов, которые при учете дискретности дислокаций не поддаются прямым расчетам. Например, соотношение прочность — размер зерна для скопления из сдвоенных краевых дислокаций (включающих дислокации разного знака на любом конце плоскости скольжения) можно получить, используя критическое разделение дислокаций на конце полосы скольжения по методике работы [42]:

$$\tau = \tau_0 + \left[\frac{CGb}{2\alpha x_1^{1/2}} \right] (l - x_1)^{-1/2}, \quad (17)$$

где C — числовая константа в интервале $1 \leq C \leq 2$.

Важно, что этот метод моделирования полосы скольжения дает для τ зависимость, обратную корню квадратному из параметра $(l - x_1)$, только в том случае, когда $(l/x_1) \geq 1$.

Все вышеупомянутые соотношения напряжение — размер зерна выведены при условии, что n является только положительными целыми числами, и поэтому теоретические соотношения действительно дают след точек, которые имеют вид непрерывной кривой для зависимости напряжения от $l^{-1/2}$ даже при больших значениях n . Соотношение прерывистая деформация — размер зерна наблюдали при малых значениях n . Координаты дискретных точек для значений τ_e и $l^{-1/2}$ можно получить прямым численным расчетом для вышеупомянутых моделей дислокационных скоплений и других. У простого дислокационного скопления, для которого справедливо уравнение (14), положение дислокаций можно представить табличными значениями B_1, B_2, \dots, B_{n-1} , где числовое значение B_{n-1} , например, дано следующим выражением [63]:

$$B_{n-1} = \frac{4\pi\alpha\tau_e x_{n-1}}{Gb}. \quad (18)$$

Если значение τ^* предварительно выбрано согласно предшествующим оценкам, основанным на данных зависимости предел текучести — размер зерна (например, для стали оно равно $G/25$), то значение τ_e можно найти непосредственно из уравнения (7) при любом частном значении n . Значение l , принятое равным x_{n-1} , получаем для этого значения n из табличных данных согласно уравнению (18).

Таким образом, для каждого значения n можно вывести соответствующие значения τ и $l^{-1/2}$.

Полученные расчетным путем дискретные значения τ_e были использованы для вывода соотношения применительно к простому дислокационному скоплению. Эти данные показаны на рис. 7 [42]. Координаты (τ_e/G) и $(l/b)^{-1/2}$, полученные расчетом, соответствуют на рис. 7 нижним позициям на горизонтали справа от позиции каждой ступеньки подъема. При таком методе расчета и для этого интервала гипотетических длин полос скольжения при увеличении длины полосы скольжения (т. е. при перемещении налево) от основания данной ступеньки подъема можно не добавлять дислокацию к скоплению до тех пор, пока значение l не увеличится значительно. Когда другая дислокация способна присоединиться к скоплению, величина τ_e резко сни-

жается вследствие сильного влияния, вносимого концентрацией напряжений от новой (добавленной) дислокации. Значения прерывистого изменения напряжения на каждой ступеньке подъема для $n > 1$ даны уравнением (8). У основания максимального подъема $n = 1$, и зна-

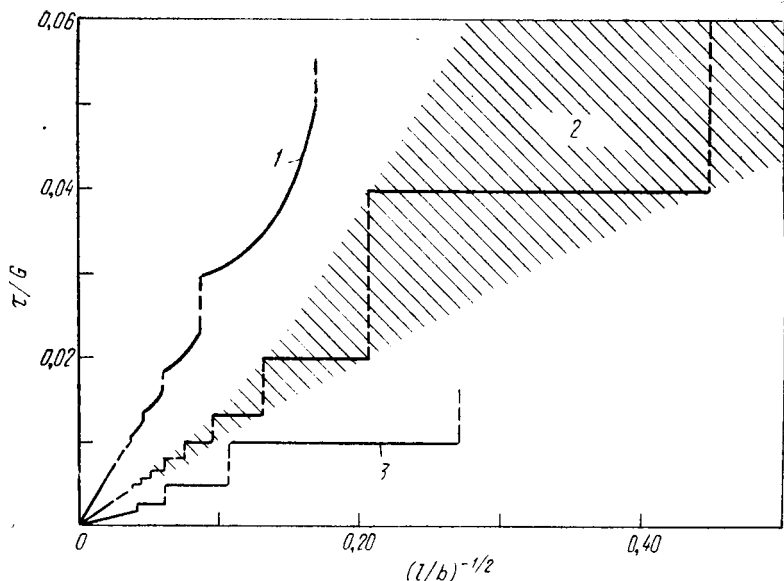


Рис. 7. Теоретические соотношения напряжения — размер зерна, базирующиеся на различных моделях дислокационных скопления:

1 — скопление двоянных краевых дислокаций; 2 — простое скопление; 3 — симметричная ортогональность, пересекающая скопление

чение (τ_e/G) повышается до значения $\tau_{\text{теор}} = 0,12G$, полученного в свободном от дислокаций материале для систем скольжения $\{110\}$ или $\{112\}$ [55]. Соотношение наименьшее напряжение — длина полосы скольжения, показанное на рис. 7, получено расчетным путем для симметричной ортогональности, пересекающей дислокационные скопления, как теоретически было предложено для железа [63]. В этом случае те же численные значения τ^* можно использовать как концентрацию напряжений сдвига, специфичную для симметричной плоскости $\{100\}$, делящей скопления пополам, а x_{n-1} берется как $l/2\sqrt{2}$ для гипотетического сферического зерна. Для этой модели (τ_e/G) заметно ниже значения,

требующегося для генерирования такого же напряжения τ^* в простом скоплении, вследствие совместного влияния концентраций напряжения в обоих дислокационных рядах.

Соотношение максимальное напряжение — длина полосы скольжения на рис. 7 иллюстрирует многочисленные результаты, полученные для скопления сдвоенных краевых дислокаций, описанного аналитически в уравнении (17) [42]. В этом случае отношение (τ_e/G) выше значения, требующегося для начала течения впереди простого скопления, из-за дополнительного эффекта. Этот эффект обусловлен взаимным влиянием дислокаций на концах плоскости скольжения вследствие их взаимного притяжения.

Разупрочнение, обусловленное измельчением зерна

Влияние размера зерна на минимальную скорость ползучести $\dot{\epsilon}$ монель-металла при достаточно высокой температуре испытаний и различных напряжениях показано на рис. 8 [15]. При уменьшении размера зерна в области крупного зерна величина $\dot{\epsilon}$ снижалась, затем при среднем размере зерна $\dot{\epsilon}$ либо становилась постоянной, либо, наоборот, возрастала при дальнейшем измельчении зерна. Эти данные подтверждают многочисленные экспериментальные результаты, указывающие на возможность упрочнения и разупрочнения сплавов в зависимости от величины их зерна. Другие исследования показали подобное или иное поведение при измельчении зерна, а в ряде работ указывается на существование области, в которой поведение материала будет промежуточным [64—70].

Линейное снижение $\dot{\epsilon}$ при увеличении $l^{-1/2}$ в области крупного зерна, показанное на рис. 8, хорошо согласуется с результатами, ожидаемыми на основе модели низкотемпературного зернограничного упрочнения [71]. Таким образом, если $\dot{\epsilon}$ идентифицировать со скоростью деформации образца при испытаниях на растяжение, то напряжение, обеспечивающее постоянное значение $\dot{\epsilon}$, должно повышаться с увеличением $l^{-1/2}$. Некоторые данные, приведенные на рис. 8, согласуются с этой концепцией. Данные зависимости низкотем-

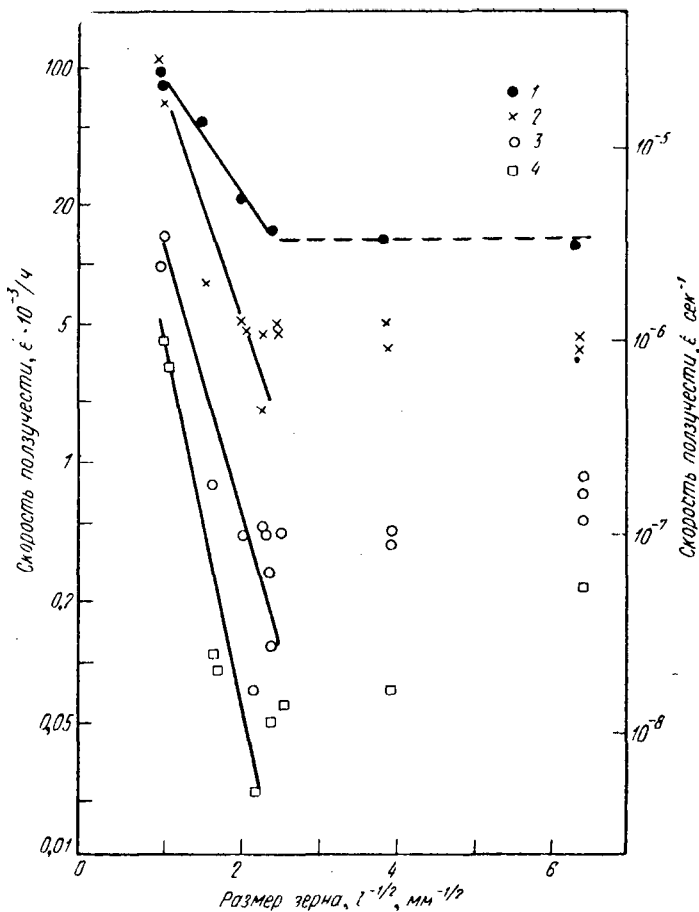


Рис. 8. Ползучесть монель-металла при различных напряжениях и температуре 480°С в зависимости от размера зерна (данные Шахнинска и Лейна):

1 — 300 Мн/м² (30 кг/мм²); 2 — 280 (28); 3 — 246 (24,6); 4 — 225 (22,5)

пературного напряжения течения железа и стали от скорости деформации [72] также четко показывают ее справедливость. Соотношение, устанавливающее зависимость $\dot{\epsilon}$ от $l^{1/2}$, определено из теории термически активируемого движения дислокаций, как

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln \dot{\epsilon}_0^* - \left[\frac{kv}{mRT} \right] l^{-1/2}, \quad (19)$$

где ε — «активационный объем»;

v — газовая постоянная;

T^0 — температура;

R — экспериментальный параметр. Некоторые из них зависят от напряжения и температуры. При постоянных напряжении и температуре имеем

$$\left(\frac{d \ln \dot{\varepsilon}}{d \ln l^{-1/2}} \right)_{\sigma, T} = \frac{-kv^*}{mRT}, \quad (20)$$

где v^* — «активационный объем», определенный экспериментально при изменении скорости деформации в монокристаллах. Значение v^* определяется как

$$v^* = RT \left(\frac{d \ln \dot{\varepsilon}}{d \tau_{Th}} \right)_T, \quad (21)$$

в котором τ_{Th} — термическая компонента приложенного напряжения сдвига. При малых значениях τ_{Th} значение v^* велико и затем снижается при увеличении τ_{Th} до тех пор, пока при больших значениях τ_{Th} активационный объем v не становится приблизительно постоянной малой величины [72].

В поликристаллах τ_{Th} сохраняется как одна из компонент напряжения в значении σ_0 при $l^{-1/2} = 0$ [72, 73]. Если деформировать образцы с увеличенными значениями $l^{-1/2}$ при постоянном приложенном напряжении, то величина τ_{Th} в каждом образце должна снижаться прямо пропорционально значению $kl^{-1/2}$, которое применимо в данном случае. Наибольшему размеру зерна должно соответствовать наибольшее значение τ_{Th} , и постоянное значение $(d \ln \dot{\varepsilon} / d \ln l^{-1/2})$ можно получить при данном малом значении v^* . Эта тенденция в поведении v^* , отражающаяся в зависимости ε от $l^{-1/2}$, означает, что величина ε должна снижаться с увеличением $l^{-1/2}$ еще значительнее.

Сравнение этих теоретических положений с экспериментальными данными, приведенными на рис. 8, показывает неспособность данного подхода к анализу низкотемпературного зернограничного упрочнения при объяснении результатов для случая очень мелкого зерна. Однако зернограничное упрочнение вероятно в том слу-

чае, когда повышение напряжения происходит при заданной температуре. Эту тенденцию действительно подтверждают результаты, приведенные на рис. 8, свидетельствующие о том, что незначительное разупрочнение, обусловленное измельчением зерна, происходит при максимальном значении напряжения и, наоборот, максимальное разупрочнение наблюдается при минимальном значении приложенного напряжения.

При низких напряжениях или высоких температурах границы зерен обычно рассматривают как потенциально менее прочные участки по ряду причин [74, 75]. Разупрочнение может быть обусловлено в основном двумя процессами на границах зерен: 1) скольжением или сдвигом по границам зерен, усиливающимся с уменьшением размера зерна; 2) усилением диффузионных механизмов деформации на границах зерен. Границы зерен способствуют усилению диффузии и переносу массы по короткозамкнутым путям и являются источниками или стоками для точечных дефектов. Считается также, что определенные границы зерен существенно ослаблены вследствие того, что дислокации или трещины легко зарождаются на границах зерен, или из-за того, что сегрегации некоторых легирующих элементов на границах зерен способствуют порообразованию и межзеренному разрушению. Границы зерен могут также обуславливать разупрочнение материала благодаря их возможности служить центрами зародышеобразования новых зерен с низкой прочностью при сдвиге. Вследствие указанных многочисленных эффектов разупрочнения по границам зерен при высоких температурах в поликристаллах монокристаллы можно рассматривать как более удобную форму материала во многих инженерных применениях, чем поликристаллическую структуру [75].

До настоящего времени модели зернограницного разупрочнения менее развиты по сравнению с теоретическими исследованиями низкотемпературного зернограницного упрочнения. При изучении процессов деформации при достаточно высоких температурах экспериментальные проблемы значительно усложнены по сравнению с низкотемпературной деформацией. Так, высокотемпературные измерения значительно труднее проводить и анализировать. Например, сложно установить соотношение между локальной деформацией сдвига по

границам зерен и искажениями внутри объема зерна и измеряемой макроскопической деформацией, поскольку для этого необходимо, чтобы микроструктура в течение деформации либо сохранялась неизменной, либо при этом необходимо непрерывно регистрировать ее изменение. Совершенно различные процессы деформации могут одновременно происходить в материале. Предполагают, что когда деформация ползучести происходит в области средних значений температуры и скоростей деформации, хотя величина $\dot{\epsilon}$ в ряде случаев даже снижалась с увеличением $l^{-1/2}$ при постоянных значениях σ и T , искривление этой зависимости противоположно по знаку тому, которое обычно принято в уравнении (20) [71]. В современных исследованиях предпринимают попытки оценить напряжение течения материала при высоких температурах с учетом одновременного действия механизмов зернограницного разупрочнения и упрочнения.

Сверхпластичное поведение материала является предельным примером разупрочнения, обусловленного измельчением зерна, в том отношении, что для этого состояния прочность материала снижается с уменьшением размера зерна даже при скоростях деформации выше тех, которые обычно используют при испытаниях на растяжение [16, 17, 77]. Точные зависимости σ и $\dot{\epsilon}$ от температуры, внутренних свойств материала (т. е. коэффициента упругости и когезивной энергии) и микроструктуры еще недостаточно полно определены для одного материала в широком диапазоне условий эксперимента, и не имеется указаний о возможности использования простого соотношения для различных материалов. При очень высоких температурах и низких скоростях деформации зависимость $\dot{\epsilon}$ от l теоретически описана для вязкой ползучести поликристалла как

$$\dot{\epsilon} = \left[\frac{10\Omega D\sigma}{RT} \right] l^{-2}, \quad (22)$$

где Ω — атомный объем;

D — коэффициент самодиффузии [77, 78].

Большинство исследований сверхпластичного поведения материалов показало, что уравнение (21) частично можно использовать для описания зависимости скорос-

ти деформации при сверхпластичном поведении материала. В данном случае уравнение (21) было заменено аналогичным соотношением, в котором диффузия по границам зерен контролирует зависимость $\dot{\epsilon}$ и l^{-3} для полученных значений $\dot{\epsilon}$ [79].

В данной работе сделана попытка схематически изобразить зависимость скорости деформации от размера зерна, ожидаемую в поликристалле, испытанном в достаточно широком интервале температур и напряжений, чтобы выявить зернограничное упрочнение, а также зернограничное разупрочнение. Предполагаемый совместный результат показан на рис. 9. Нижние пересекающиеся кривые, обозначенные $\sigma_2 < \sigma_1$, $T_2 < T_1$, соответствуют результатам, которые показаны на рис. 8 для образцов, испытанных на ползучесть при относительно низком приложенном напряжении, средней температуре и размерах зерна, лежащих в обычном интервале. Средняя кривая, по-видимому, применима для промежуточного уровня напряжений и температур σ_1 и T_1 . Для этих условий зависимость $\dot{\epsilon}$ от $l^{-1/2}$ имеет меньший наклон при больших размерах зерна вследствие того, что в уравнении (20) величина v^* уменьшается с увеличением σ .

Переход от упрочнения к разупрочнению границ зерен смещен к малым размерам зерен вследствие того, что при больших значениях $\dot{\epsilon}$ в области средних уровней напряжений вклад от разупрочнения границ зерен в общую скорость деформации поликристалла становится заметным при малых размерах зерен. При повышении температуры и среднем уровне напряжений (верхняя кривая, обозначенная на рис. 9 как σ_1 , $T_2 > T_1$) вклад низкотемпературного упрочнения в зависимость $\dot{\epsilon}$ от размера зерна изменяется незначительно согласно результатам анализа соотношения термическая активация — скорость деформации. Зависимость скорости деформации от размера зерна, обусловленная разупрочнением границ зерен, заметно возрастает благодаря резко выраженной температурной зависимости коэффициента диффузии D . Таким образом, в области средних значений напряжений и высоких температур испытаний в материалах с мелким зерном можно наблюдать в определенных случаях сверхпластичное поведение.

Для доказательства справедливости указанных на рис. 9 тенденций необходимо как накопление экспери-

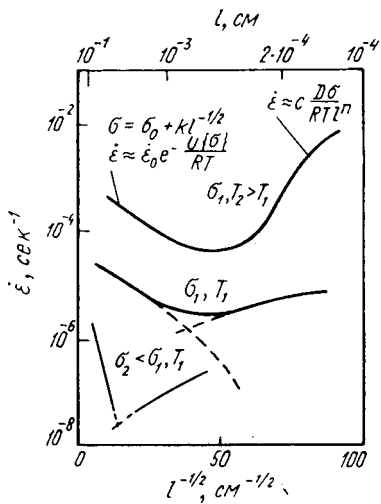


Рис. 9. Зернограничное упрочнение и разупрочнение, определенные методом изменения скорости деформации поликристалла

ментальных данных, так и теоретический их анализ. Очень важно установить, возможно ли при высоких температурах сверхпластичное поведение в материале, упрочняющемся при низкой температуре вследствие измельчения зерна. Таким образом, возникает вопрос, возможна ли для $\sigma_2 > \sigma_1$ при температуре T_1 (рис. 9) кривая низкотемпературного упрочнения, обусловленного измельчением зерна, которая занимала бы промежуточное положение между верхними двумя кривыми, захватывая очень большой интервал

или даже полностью пересекая шкалу размеров зерен, показанную на рисунке?

Заключение

С уменьшением размера зерна все прочностные свойства поликристаллов при низких температурах испытаний возрастают. Это справедливо для обычных соотношений напряжение—деформация (кривых деформации), а также твердости и усталостной прочности стали. Это упрочнение значительно усиливается при уменьшении размера зерна в области сверхмелкого зерна, как показано, например, экстраполяцией измеренных прочностных свойств малоуглеродистой стали.

Изучение высоких прочностных свойств материалов с очень мелким зерном важно по ряду причин. В таких материалах потенциально достижимы уровни прочности, близкие к теоретической прочности. При использовании сверхмелкозернистых материалов можно теорети-

чески обосновать существенное различие в некоторых моделях, предложенных для расчета прочности, а также выявить влияние индивидуальных дислокаций на прочностные свойства. Определенные концепции механики сплошной среды, развитые для оценки прочности, не применимы к таким материалам.

Прочностные свойства материалов при высоких температурах снижаются при измельчении зерна, однако экспериментальные и теоретические доказательства такого вывода далеко еще неполны. Вполне вероятно, что в ближайшем будущем можно будет получать микроструктуры с определенной степенью измельчения зерна, что будет обуславливать уменьшение прочности материала при высоких температурах и способствовать его легкой обрабатываемости в этом температурном диапазоне и в то же время обеспечит повышение прочностных свойств при его использовании в конструкциях, предназначенных для эксплуатации при низких температурах.

Список литературы

1. Jeffries Z. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1919, v. 60, p. 474.
2. Zener C. *Phys. Rev.*, 1946, v. 69, p. 128.
3. Hall E. O. *Proc. Phys. Soc. London*, 1951, v. B64, p. 747.
4. Petch N. J. *JISI*, 1953, v. 174, p. 25.
5. Hauser F. E. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1956, v. 206, p. 589.
6. Tjerkstra H. H. *Acta Met.*, 1961, v. 9, p. 259.
7. Armstrong R. W. a. o. *Phil. Mag.*, 1962, v. 7, p. 45.
8. Chin G. Y. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1964, v. 230, p. 437.
9. Hall E. O. *Nature*, 1954, v. 173, p. 948.
10. Jindal P. C., Armstrong R. W. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, v. 245, p. 623.
11. Bunshah R. F., Armstrong R. W. *Mat. Res. Bull.*, 1969, v. 4, p. 239.
12. Douthwaite R. M. *JISI*, 1970, v. 208, p. 265.
13. Sinclair G. M., Craig W. J. *Trans. ASM*, 1952, v. 44, p. 929.
14. Klesnil M. a. o. *JISI*, 1965, v. 203, p. 47.
15. Shahinian P., Lane J. R. *Trans. ASM*, 1953, v. 45, p. 177.
16. Backofen W. A. a. o. *Trans. ASM Quart.*, 1964, v. 57, p. 980.
17. Avery D. H., Stuart J. M. *Physical and Mechanical Properties*, Syracuse University Press, Syracuse, 1968.
18. Eshelby J. D. a. o. *Phil. Mag.*, 1951, v. 42, p. 351.
19. Li J. C. M., Chou Y. T. *Met. Trans.*, 1970, v. 1, p. 1145.
20. Taylor G. I. *J. Inst. Met.*, 1938, v. 62, p. 307.
21. Bishop J. F. W., Hill R. *Phil. Mag.*, 1951, v. 42, p. 1298.
22. Kocks U. F. *Acta Met.*, 1960, v. 8, p. 345.
23. Hutchinson J. W. *J. Mech. Phys. Sol.*, 1964, v. 12, p. 25.
24. Armstrong R. W. *J. Mech. Phys. Solids*, 1961, v. 9, p. 196.
25. Kocks U. F. *Met. Trans.*, 1970, v. 1, p. 1121.

26. Armstrong R. W. *Acta Met.*, 1968, v. 16, p. 347.
27. Marcinkowski M. J., Lipsitt H. A. *Acta Met.*, 1962, v. 10, p. 95.
28. Jindal P. C., Armstrong R. W. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 1856.
29. Codd I., Petch N. J. *Phil. Mag.*, 1960, v. 5, p. 30.
30. Wilson D. V. *Met. Sci. J.*, 1967, v. 1, p. 40.
31. Braunovic M. a. o. *Met. Sci. J.*, 1968, v. 2, p. 67.
32. Westbrook J. H. a. o. *AIME Meeting*, N. Y., 1964.
33. Floreen S., Westbrook J. H. *Acta Met.*, 1969, v. 17, p. 41.
34. Armstrong R. W. a. o. *Refractory Metals and Alloys 11, 17, AIME and Interscience*, New York, 1963.
35. Raghuram A. C. a. o. *J. Appl. Phys.*, 1969, v. 40, p. 4666.
36. Petch N. J. *Phil. Mag.*, 1956, v. 1, p. 186.
37. Stroh A. N. *Advanc. in Phys.*, 1957, v. 6, p. 418.
38. Smith E., Barnby J. T. *Met. Sci.*, 1967, v. 1, p. 56.
39. Armstrong R. W. *Fracture 1969*, Chapman and Hall, London, 1969.
40. Chaudhuri P., Scattergood R. O. *Acta Met.*, 1966, v. 14, p. 685.
41. Chou Y. T. *Can. J. Phys.*, 1967, v. 45, p. 559.
42. Armstrong R. W. a. o. *Phil. Mag.*, 1966, v. 14, p. 943.
43. Carreker R. P. Jr. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1957, v. 209, p. 112.
44. Weglein E. B. *Silver. Economics Metallurgy and Use*, Van Nostrand, Princeton, 1967.
45. Hu H., Cline R. S. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 1013.
46. Armstrong R. W., Jindal P. C. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 2513.
47. Holden F. C. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1953, v. 197, p. 238.
48. Churchman A. T. *Acta Met.*, 1955, v. 3, p. 22.
49. Jones R. L., Conrad H. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, v. 245, p. 779.
50. Phillips W. L., Armstrong R. W. *J. Mech. Phys. Sol.*, 1969, v. 17, p. 265.
51. Kettunen P. O. *Phil. Mag.*, 1967, v. 16, p. 253.
52. Cracknell A., Petch N. J. *Acta Met.*, 1955, v. 3, p. 186.
53. Cox J. J. a. o. *Trans. ASM*, 1957, v. 49, p. 118.
54. Brenner S. S. *J. Appl. Phys.* 1956, v. 27, p. 1484.
55. Kelly A. a. o. *Phil. Mag.*, 1967, v. 15, p. 567.
56. Morrison W. B. *Trans. ASM*, 1966, v. 59, p. 824.
57. Embury J. D., Fisher R. M. *Acta Met.*, 1966, v. 14, p. 147.
58. Griffith A. A. *Phil. Trans. Roy. Soc. London*, v. A221, 1920—1921, p. 163.
59. *Proceedings of the Second International Conference on Fracture*, Brighton, April 1969, Chapman and Hall, London, 1969.
60. Armstrong R. W., Head A. K. *Acta Met.*, 1965, v. 13, p. 759.
61. Leibfried G. Z. *Phys.*, 1951, Bd. 130, S. 214.
62. Head A. K., Louat N. *Austral. J. Phys.*, 1955, v. 8, p. 1.
63. Chou Y. T. a. o. *Acta Met.*, 1960, v. 8, p. 480.
64. Feltham R. *Proc. Phys. Soc.*, London, 1956, v. B69, p. 1173.
65. Parker E. R. *Trans. ASM*, 1958, v. 50, p. 52.
66. Davies C. K. L. a. o. *Phil. Mag.*, 1965, v. 12, p. 827.
67. Klopp W. D. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1965, v. 233, p. 1860.

68. Borch N. R., Hauber J. R. Trans. Met. Soc. AIME, 1968, v. 242, p. 1933.
69. Crussard C., Tamhankar R. Trans. Met. Soc. AIME, 1958, v. 212, p. 718.
70. Garofalo F. a. o. Trans. Met. Soc. AIME, 1964, v. 230, p. 1460.
71. Armstrong R. W. Dislocation Dynamics, Mc Graw-Hill, N. Y., 1968.
72. Conrad H. JISI, 1961, v. 198, p. 364.
73. Conrad H., Schoeck G. Acta Met., 1960, v. 8, p. 791.
74. Гарофало Ф. Законы ползучести и длительной прочности металлов и сплавов, М., «Металлургия», 1968.
75. Gilman J. J. Trans. ASM, 1966, v. 59, p. 597.
76. Lee D. Acta Met., 1969, v. 17, p. 949.
77. Nabarro F. R. N. Proc. Conf. on Strength of Solids, Phys. Soc. London, Cambridge, 1948.
78. Herring C. J. Appl. Phys., 1950, v. 21, p. 437.
79. Coble R. L. J. Appl. Phys., 1963, v. 34, p. 1679.

Дискуссия

Дж. Дж. Джонес

Рассмотрим уравнение Холла—Петча применительно к субструктуре металла, образующейся после высокотемпературной деформации. Уравнение Холла—Петча типа $\sigma = \sigma_0 + k_1' d^{-1/2}$ было использовано рядом авторов для определения прочности металлов при комнатной температуре в зависимости от размера субзерен, возникающих в результате деформации при гомологических температурах $> 0,5 T_{пл}$. В этом случае d — размер субзерна, а не размер зерна, а эмпирические константы σ_0 и k_1' не имеют ясного физического значения.

Анализ опубликованных данных показывает, что хотя $k_1' = mk_s$ (наклон кривой Холла—Петча для зерен), $\sigma_0 \approx 0$ и может быть даже отрицательным. Если эта последняя величина является истинным напряжением трения, то она не должна быть значительно меньше, чем mt_0 . Более того, вполне вероятно, что упрочнение, обусловленное границами субзерен, будет менее значительным, чем при наличии границ зерен равной плотности.

Анализ имеющихся в литературе данных для алюминия и железа был проведен Д. Абсоном и автором¹. После определенной обработки данные зависимости твердости и предела текучести от размера субзерен можно представить схематично в виде заштрихованной области на рис. 1. Пересечение при отрицательных значениях σ является следствием проведения пунктирной прямой линии в области полосы разброса данных (близость значений k_1 и k_2 вместо эффекта менее значительного упрочнения при наличии границ субзерен достаточно очевидна). Несоответствие экспериментальных данных на рис. 1 описанному выше соотношению типа Холла—Петча для субзерен очевидно. Рациональная обработка зависимости

¹ Abson D. J., Jonas J. J. J. Met. Sci., 1970, v. 4, p. 24.

$\sigma-d^{-1/2}$, показанная на рис. 2, позволяет представить полосу рассеяния как геометрическое место точек (веер прямых) с постоянным значением $\sigma_0 (\equiv m\sigma_0)$, но с измененным наклоном по сравнению с истинным наклоном кривой Холла — Петча $k_1 (\equiv mk_s)$. Измененное значение k_1 , вероятно, обусловлено большим совершенством границ субзерен и уменьшением их разориентации при снижении величины $(1/d)$. Таким образом, относительно совершенные границы

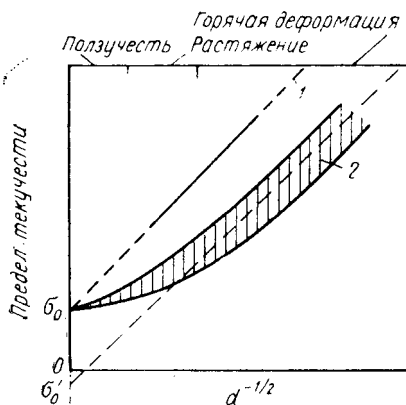


Рис. 1. Схематическая диаграмма прочности при комнатной температуре для алюминия и железа (литературные данные) при наличии границ субзерен: 1 — кривая Холла — Петча для зерен,

$$\sigma = \sigma_0 + k_1 d^{-1/2};$$

$$2 - \sigma = \sigma'_0 + k'_1 d^{-1/2}$$

субзерен с углами разориентации $0,3-0,7^\circ$ и небольшим числом избыточных дислокаций, образующиеся при испы-

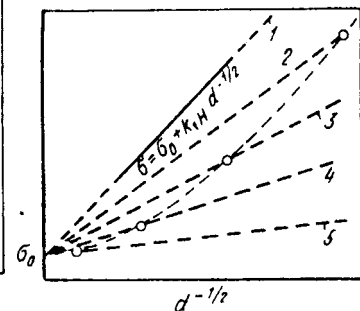


Рис. 2. Данные, приведенные на рис. 1, представлены как геометрическое место точек с переменным значением наклона истинной кривой Холла — Петча k_1 и постоянным значением σ_0 :

1 — кривая Холла — Петча для зерен; 2 — $0,7 k_1$; 3 — $0,5 k_1$; 4 — $0,3 k_1$; 5 — $0,1 k_1$

таниях на ползучесть, будут иметь более низкую прочность, чем границы субзерен, образовавшиеся при высокотемпературной деформации. Границы субзерен после горячей деформации имеют примерно на порядок большие углы разориентации и более высокую плотность избыточных дислокаций. Данные удовлетворяют модифицированному уравнению Холла — Петча:

$$\sigma = \sigma_0 + (mk_s) d^{-1/2};$$

$$\sigma = \sigma_0 + k_2 d^{-q}.$$

Здесь (mk_s) не является константой, а дается соотношением $mk_s = k_2 d^{-p}$ и $q = (p+1/2) \approx 3/4$. Увеличение (mk_s) с изменением $(1/d)$ подтверждает механизм упрочнения, предложенный Ли² и обусловленный влиянием границ субзерен, согласно которому величина (mk_s) пропорциональна корню квадратному из ориентационного фактора. Однако увеличение плотности избыточных дислокаций с увеличением величины $(1/d)$ также может способствовать упрочнению, как было показано выше.

² Li J. C. M. Trans. AIME, 1963, v. 227, p. 239.

Г. С. КОУЛ, Г. Ф. БОЛЛИНГ

ПОЛУЧЕНИЕ СВЕРХМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Мелкозернистую структуру металлов и сплавов при затвердевании можно сформировать несколькими принципиально различными способами: повышением скорости зарождения центров кристаллизации путем изменения температурных условий затвердевания; легированием расплава и введением в него элементов-модификаторов; воздействием на топологию поверхности раздела жидкой и твердой фаз, определяющей форму и распределение растущих кристаллов.

Говоря о степени измельчения структуры, необходимо указывать тип (состав) сплава, форму или размер слитка. В чистых металлах получить мелкое зерно намного труднее, чем в сплавах, и, напротив, в сложных, многокомпонентных системах почти невозможно получить крупнозернистую структуру. Важное значение имеют также форма и размер слитков: большие объемы расплавленного металла остывают медленно и скорость их охлаждения повысить трудно; с другой стороны, возникают определенные трудности при исследовании свойств пленочных образцов, получающихся при капельном охлаждении расплавленного металла.

На определенные свойства сплавов величина и распределение зерен в структуре слитков оказывают непосредственное влияние, в то время как ряд других свойств определяется действием вторичных эффектов измельчения зерен до заданной величины. К сожалению, до сих пор основное внимание исследователей направлено на анализ структуры, образующейся при кристаллизации слитка; значительно меньше внимания уделено ее связи со свойствами сплава. Именно этим объясняется отсутствие среди исследователей единого мнения о необходимости и полезности измельчения зерна металлов и сплавов.

Хотя структуру сплава можно значительно изменить в процессе термомеханических обработок, тем не менее исходная (литая) структура сохраняет важное значение, во-первых, из-за ее влияния на обрабатываемость (деформируемость) сплава в твердом состоя-

нии и, во-вторых, из-за сильного влияния на свойства сплавов микро- и макроликваций слитков.

В реальных условиях степень микроликвации намного выше степени ликвации, возникающей при затвердевании слитков в равновесных условиях. При кристаллизации границы зерен затвердевают в последнюю очередь, выполняя тем самым роль ловушек для «вредных» компонентов сплава. Поэтому мы считаем, что границы зерен являются наиболее ликвационными областями слитка. Даже в относительно чистых материалах состав жидкой фазы в междендритных каналах легко достигает концентраций, соответствующих двухфазной структуре.

Не все из рассматриваемых ниже способов измельчения зерна в слитках способствуют получению действительно сверхмелкозернистой структуры. Мы исходили из необходимости дать возможно более полный обзор методов измельчения зерна при кристаллизации металлов и сплавов.

Необходимо отметить, что в высоколегированных сплавах, например в эвтектических, величина зерна играет менее важную роль, чем межпластинчатое расстояние или любой другой параметр, характеризующий распределение фаз в структуре сплава.

После изложения элементов теории кристаллизации в статье рассмотрены методы получения мелкозернистой структуры металлов и сплавов при затвердевании. Все эти методы основаны на трех принципах: 1) контроле температурных условий кристаллизации; 2) легировании и введении в расплав элементов-модификаторов; 3) воздействии внешних силовых полей на кристаллизующуюся систему.

Краткое изложение теории кристаллизации

Полное изменение свободной энергии системы при переходе из жидкого состояния в твердое равно сумме убыли объемной свободной энергии при таком переходе и прироста энергии, связанного с образованием поверхности раздела между жидкой и твердой фазами. Так как площадь поверхности зародышей твердой фазы велика по сравнению с их объемом, то слишком мелкие зародыши после возникновения могут уменьшаться в размерах и даже полностью растворяться, так как любая система стремится к состоянию с наименьшей свободной энергией; при возникновении достаточно крупных зародышей свободная энергия системы понижается, и такие зародыши способны расти. Система будет находиться в равновесии при какой-либо температуре при критическом для такого идеализированного гомогенного зарождения размера зародыша. (Реально зарождение центров кристаллизации происходит главным образом гетерогенно).

Для образования центров кристаллизации атомам необходимо преодолеть энергетический барьер в виде поверхностной энергии границы раздела жидкой фазы и образующегося зародыша. Высоту этого барьера можно уменьшить введением в расплав катализаторов зарождения с низкой поверхностной энергией. Таким образом, критический размер зародышей при гетерогенном зарождении может быть меньшим, чем при гомогенном. В настоящее время нет единой теории, способной предсказать характер воздействия ката-

лизаторов различной природы на те или иные сплавы; тем не менее разработано несколько общих рекомендаций, имеющих практическое значение.

Поверхность раздела жидкой и твердой фаз в чистых металлах можно считать микроскопически гладкой, если тепловой поток через поверхность раздела из жидкой фазы в твердую равен потоку тепла, отводимому от твердой фазы (т.е. если градиент температуры в жидкой фазе G_L вблизи поверхности раздела положителен). При отрицательных значениях G_L поверхность раздела фаз неустойчива, на ней образуются выступы, и в результате развивается дендритная структура. Фактором, контролирующим процесс кристаллизации, является различие концентраций жидкой и твердой фаз. При установившейся скорости кристаллизации вблизи поверхности раздела фаз существует некий слой, из которого при движении этой поверхности удаляется либо избыток растворенного вещества (при $k < 1$)*, либо избыток растворителя (при $k > 1$). Если скорость кристаллизации v предельно низка, избыток растворенных атомов или атомов растворителя может диффундировать из примыкающей к поверхности раздела области, но этот предельный случай практически не реализуется. В большинстве случаев скорость локальной диффузии от поверхности раздела мала и при движении последней возникает избыток тех или иных атомов; атомы растворенного вещества или растворителя стремятся вернуться назад, образуя у поверхности раздела жидкой и твердой фаз обогащенный слой, который, являясь потенциально неустойчивым, контролирует формирование структуры сплава. Можно видеть, что градиент температуры G_L , скорость кристаллизации v и начальная концентрация растворенного вещества C_∞ являются контролируемыми параметрами.

Лишь сплавы с низкой концентрацией растворенного вещества (в пределах десятитысячных долей процента) можно рассматривать как чистые материалы. Даже промышленно чистые материалы считаются высококонцентрированными сплавами, в которых поверхность раздела твердой и жидкой фаз меняет свое гладкое (на микроскопическом уровне) строение, чтобы приспособиться к возникающей скрытой неустойчивости, называемой концентрационным переохлаждением [1]. Любое изменение топологии поверхности раздела приводит к тому, что растворенные вещества не могут присоединяться равномерно к растущей твердой фазе; происходит сегрегация примесей на области с большей и меньшей концентрацией. Возникновение концентрационного переохлаждения перед поверхностью раздела твердой и жидкой фаз, определяющего структуру слитков сплавов, подробно рассмотрено в книге Чалмерса [35].

При низких значениях отношения vC_∞ / G_L изменения формы поверхности раздела фаз незначительны, но когда это отношение возрастает, изменения поверхности становятся более отчетливыми и соответственно более высокой становится степень микроликвации. На рис. 1 показана структура поверхностей раздела фаз, выявляемая методом слива жидкого металла в процессе кристаллизации

* k — коэффициент распределения, определяемый отношением содержания растворенного вещества в твердой фазе к содержанию растворенного вещества в жидкой фазе.

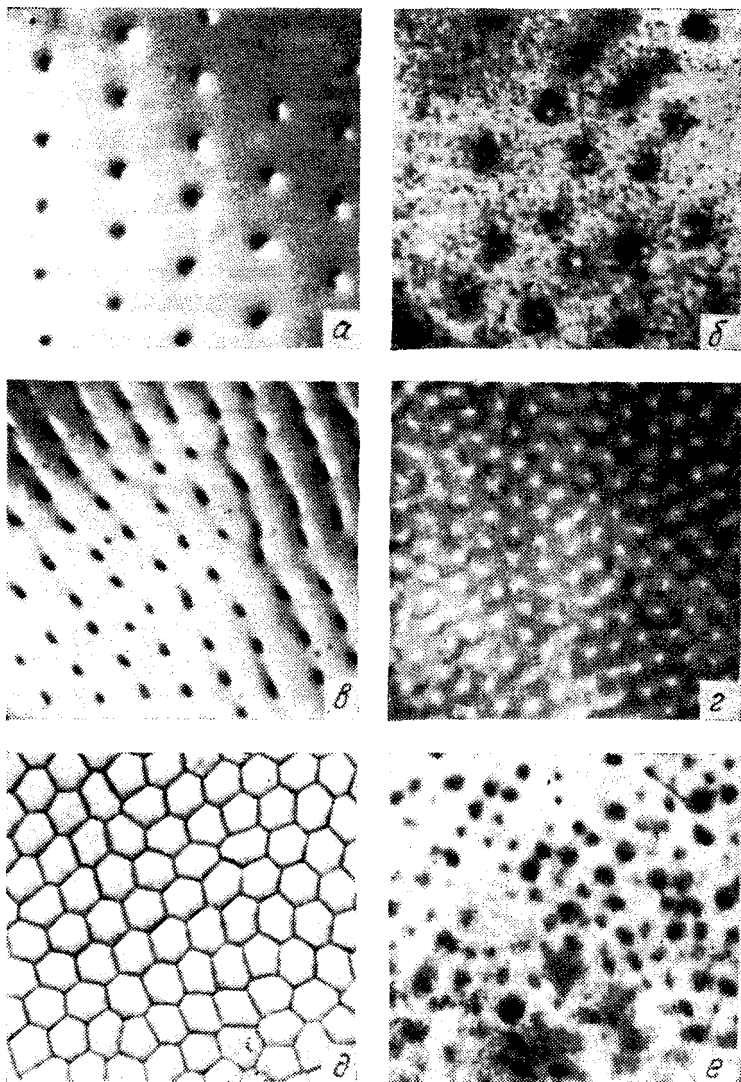


Рис. 1. Структура поверхности раздела фаз различных сплавов на основе олова (слева) и соответствующие им типы микроструктур (справа). Видимые элементы строения имеют размер, равный 50—100 мкм

сплава, и можно видеть, что повышение степени микроликвации происходит строго в соответствии с величиной отношения vC_{∞}/G_L . Размер всех ликвационных областей составляет 50—100 мкм, а степень локальной ликвации иллюстрируется результатами проведенных специальных исследований (рис. 2).

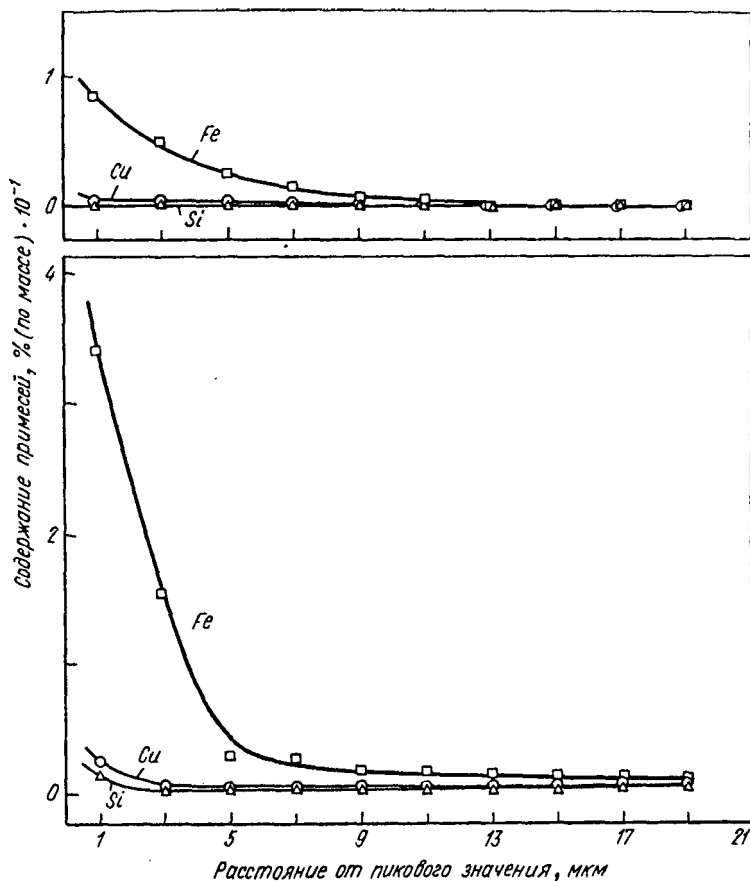


Рис. 2. Изменение концентрации элементов по ликвационным образованиям в чистом алюминии [85].

Для исследованного материала чистотой 99,9% шестикратное повышение скорости кристаллизации (переход от верхней части рисунка к нижней) увеличивает степень ликвации; в результате образуется вторая фаза.

Когда отношение vC_{∞}/G_L достаточно велико, поверхность раздела фаз становится не гладкой и в процессе кристаллизации про-

исходит образование дендритной структуры. Такая структура является наиболее характерной, и методом слива жидкой фазы на какой-либо стадии кристаллизации слитка можно выявить строение поверхности раздела, некоторые детали которой легко видны невооруженным глазом (рис. 3, *a*). При такой поверхности раздела фаз в слитке развивается сильная ликвация (рис. 3, *b*).

Так как проследить за образованием и развитием дендритной структуры в металлических материалах сложно, намного легче на-

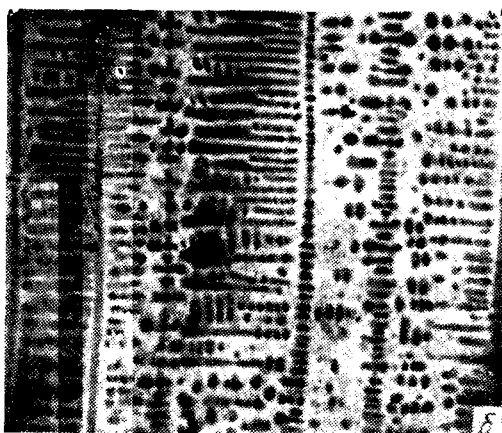


Рис. 3. Поверхность раздела жидкой и твердой фаз в сплаве $Pb+3\% Sb$ (*a*) и его микроструктура (*б*)

блюдать рост дендритов в органическом веществе, развитие типичной дендритной структуры в котором протекает в резко выраженной форме (рис. 4). Элементарное образование, или первичный дендрит, может возникать самопроизвольно вследствие неустойчивости, существующей даже при нормальных условиях роста, а более сложные

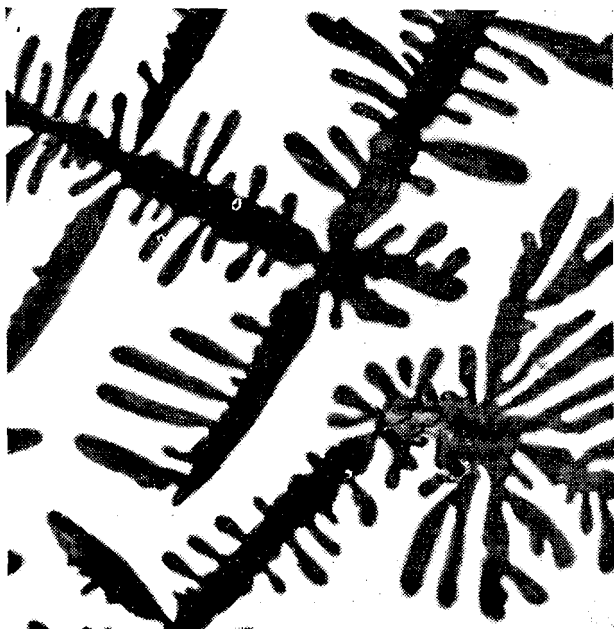


Рис. 4. Дендриты, выросшие в циклогексаноле [16]. $\times 150$

образования возникают при последующем развитии первичного дендрита. Поскольку вблизи поверхности раздела твердой и жидкой фаз всегда образуется зона, обогащенная атомами растворенного вещества (при $k < 1$), то дендритные ветви второго порядка должны пройти сквозь эту обогащенную зону. Из этого следует, что места соединения ветвей второго порядка с осью дендрита, ветвей третьего порядка с ветвью второго и т. д. будут тоньше остальной части дендритных отростков, образуя шейку.

Центральная часть дендритного стебля обеднена атомами растворенного вещества по сравнению с периферийной и различие в концентрации растворенных атомов между ветвями дендрита и междендритными областями может быть настолько велико, что приводит к зарождению второй фазы. Это справедливо даже для тех сплавов, в которых при равновесной кристаллизации образования второй фазы не происходит.

Кроме междендритной ликвации в сплавах может наблюдаться

и ликвация на границах зерен, которая, как и междендритная, является следствием оттеснения примеси вдоль поверхности раздела фаз или же возникает в результате захвата растворенных атомов обогащенными зонами вблизи каждого растущего кристалла. В последнем случае толщина ликвационного слоя на границах зерен больше толщины междендритной ликвации, так как зазор, возникающей при соприкосновении двух или более растущих зерен, больше зазора между двумя растущими бок о бок дендритами

Удовлетворительной теории получения мелкозернистых материалов пока не разработано, хотя принцип всех приемов получения мелкозернистой структуры слитков очень прост: необходимо достаточно большое число центров кристаллизации, чтобы соседние кристаллы вошли в соприкосновение друг с другом раньше, чем произойдет заметный рост каждого из них в отдельности. Ниже обсуждается ряд приемов достижения этой цели.

Изменение температурных условий кристаллизации

Получение мелкозернистых слитков сплавов посредством изменения температурных условий кристаллизации основано на принципе увеличения числа центров кристаллизации в расплаве. Достигнуть этого можно двумя различными способами. Первый из них заключается в резком повышении скорости охлаждения расплава при соприкосновении его с холодными стенками литейной формы. Расплав при этом очень быстро переохлаждается, что способствует значительному увеличению числа зародышей твердой фазы и уменьшению их критического размера (обычно число атомов зародыша меньше двухсот [2]): зародыши возникают сразу во всем объеме жидкого металла. Этот способ повышения скорости зарождения центров кристаллизации используют (с различной эффективностью, в соответствии с объемом жидкого металла), в таких технологических операциях, как капельное охлаждение, разливка в слябы, литье в постоянные формы и кокильное литье.

Второй способ увеличения числа центров кристаллизации основан на использовании особенностей строения дендритов в процессе их роста. При чрезвычайно быстром росте дендритов выделяющаяся скрытая теплота кристаллизации велика и, вероятно, достаточно локализована для того, чтобы расплавить более тонкие места прикрепления друг к другу дендритных ветвей высоких порядков. Тем самым от поверхности раздела твердой и жидкой фаз отделяются обломки дендритов, которые затем либо растворяются в жидкой фазе, либо вновь при-

соединяются к растущей твердой фазе. В последнем случае в процессе кристаллизации образуется структура, состоящая из множества зерен различной ориентации.

Методы охлаждения

Капельное охлаждение

При соприкосновении капли расплавленного металла с холодной подложкой скорость охлаждения достигает 10^6 град/сек, жидкость сильно переохлаждается, возникает большое число зародышей и растущие на них кристаллы соприкасаются друг с другом почти сразу же после зарождения. В результате получается мелкозернистая металлическая фольга.

Этот метод интенсивно изучают в последние десять лет в связи с проблемой получения неравновесных и метастабильных фаз во многих системах [3, 4]. Поскольку при капельном охлаждении образцы получаются шероховатыми и тонкими (обычно около 50 мкм толщиной), установить зависимость между механическими свойствами и числом зерен в единице объема (плотностью зерен) весьма трудно. Тогда и Медину [5] удалось измельчить зерно сплавов Cu—Al до десятых долей микрона и показать, что прочность пленочных образцов может в шесть раз превышать прочность массивных (стандартных) образцов. Трудно ожидать в столь тонких и мелкозернистых образцах наличия ликвационных дефектов, но Тогда и Медин на нескольких образцах своих сплавов все же наблюдали выделения эвтектического характера по границам зерен. Это свидетельствует о том, что даже при столь высоких скоростях кристаллизации на границах зерен успевает образоваться слой, обогащенный атомами растворенного вещества.

Быстрое охлаждение больших объемов металла

При охлаждении больших объемов жидкого металла общее количество тепла, которое необходимо удалить из системы, велико и вслед за быстрым зарождением центров кристаллизации может происходить процесс река-

лесценции. Поэтому важно так подобрать скорость отвода тепла от кристаллизующейся системы, чтобы не наблюдалось значительного роста кристаллов после их зарождения. Как правило, добиться этого можно лишь в малых слитках. Кроме масштабного фактора, важными параметрами являются теплопроводность и удельная теплоемкость материала тигля. Все эти факторы необходимо учесть перед разливкой металла.

Скорость охлаждения зависит и от теплофизических свойств металла: повышенная удельная теплоемкость и пониженная теплопроводность снижают эффективность охлаждения, поэтому в таких случаях стремятся создать в центральной части слитка полости (например, используя литейные стержни) с тем, чтобы исключить ее из процесса охлаждения.

Кокильное литье

Этот вид литья, вероятно, наиболее широко используется для получения мелкозернистых слитков больших размеров. В месте соприкосновения расплавленного металла со стенками изложницы из него удаляется вся теплота перегрева и расплав локально переохлаждается.

При хорошем тепловом контакте между стенками литейной формы и расплавом зарождение центров кристаллизации происходит по всей поверхности формы. Но если скорость отвода тепла уменьшается (например, в результате образования пленки на поверхности формы [6, 7]), то зерна зарождаются лишь в отдельных местах и кристаллы растут вдоль поверхности формы. Образование центров кристаллизации возможно в принципе при любой скорости охлаждения. При разливке в кокиль скорость образования зародышей достаточно велика, но, помимо этого, в процессе кристаллизации действует механизм размножения, увеличивающий число зародышей в расплаве. Размножение зерен связано с движением жидкой фазы вследствие турбулентности при разливке металла и наличием температурных градиентов, вызывающих быстрые конвекционные потоки. Ряд исследователей [8—16] изучал механизм размножения зерен и его вклад в измельчение структуры слитка.

Преимуществом процесса разливки в кокиль является то, что зародившиеся при контакте расплавленного

металла с холодными стенками формы мелкие зерна [17—18] разносятся по всему объему расплава потоками жидкой фазы. Заметное измельчение структуры наблюдается при малой степени перегрева и при наличии очень мелких зерен или зародышей во всем объеме металла, которые, несколько подрастая, образуют мелкозернистую структуру слитка. Если зародыши зерен имеются не во всем объеме жидкого металла, то зародившиеся на стенках формы зерна растут неограниченно в направлении теплового потока и в структуре преобладают большие столбчатые кристаллы.

В некоторых расплавах зародышеобразование протекает не однозначно. Например, в системе Fe—C при одной и той же концентрации углерода вторая фаза может возникать в виде структурно свободного графита, а также в виде карбида Fe_3C . Зарождение второй фазы в той или иной форме определяется скоростью кристаллизации; при малых скоростях вторая фаза выделяется преимущественно в виде графита. Следовательно, при охлаждении слитка в нем могут возникать два типа структур: вблизи стенок формы, где скорость кристаллизации велика, образуется структура с карбидной фазой, а вдали от стенок, где скорость затвердевания меньше,— структура со свободным графитом. Это оказывает определенное влияние на величину получаемых зерен.

Литье в постоянные формы под давлением

Этот вид литья широко применяют для получения мелкозернистой структуры изделий. Литье в постоянные формы под давлением выполняют двумя способами: заливкой расплавленного металла в форму под действием собственной массы (веса) и литьем под давлением.

На рис. 5 показано влияние величины давления впуска на структуру поверхности сплава $Zn+4\%Al$ [19]. Важными характеристиками процесса литья под давлением являются высокая скорость отвода тепла и турбулентность потока металла при заполнении формы. При высоких скоростях впуска металла турбулентность может оказаться достаточной для захвата пузырьков воздуха и газа находящимся в форме жидким металлом; при малых скоростях металл затвердевает у впускного отверстия формы и в этом случае также возможно снижение качества слитка.

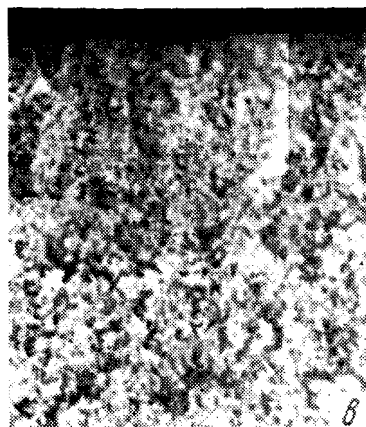


Рис. 5. Изменение структуры поверхности сплава $Zn+4\% Al$ [19] при повышении давления впуска (от *a* к *b*). Величина зерна уменьшается с повышением турбулентности потока расплавленного металла. $\times 100$

Основной проблемой при литье в постоянные формы является устранение пористости отливок, возникающей вследствие недостаточной подачи жидкого металла в форму. Это обусловлено тем, что у впускного отверстия формы подаваемый под давлением металл охлаждается во много раз быстрее металла внутри формы [20] (например, время полного затвердевания алюминиевого сплава, залитого в форму, составляет всего около 0,2 сек); для дополнительной подачи металла в форму требуется значительное повышение давления.

Сплавы с мелкозернистой и мелкодендритной структурой, получающиеся при литье под давлением, облада-

ют хорошими механическими свойствами, и, хотя этот метод используется главным образом при литье металлов и сплавов с низкой температурой плавления, его также применяют и при разливке металлов с высокой температурой плавления. Для сплавов на основе железа, например, механические свойства металла, отлитого под давлением, существенно превосходят свойства металла обычной разливки [21].

Методы переохлаждения

Если процесс зарождения центров кристаллизации начинается в расплаве, охлажденном до температуры ниже равновесной температуры кристаллизации, то от мест, где возникли зародыши, начинается рост дендритов и с тем большей скоростью, чем выше степень переохлаждения [22—28]; скорость роста может достигать нескольких сотен сантиметров в секунду. Важной особенностью процесса кристаллизации является то, что при быстром увеличении межфазной поверхности выделяющейся теплоты кристаллизации оказывается достаточно для того, чтобы вызвать локальное расплавление тонких мест соединения дендритных ветвей высших порядков [9, 16, 28]. Отделившиеся дендриты или обломки дендритов затем разносятся по всему объему жидкой фазы потоками, обусловленными объемными изменениями при кристаллизации или естественной конвекцией.

Структуру слитков, получаемых переохлаждением расплава и последующим возбуждением процесса зарождения центров кристаллизации, изучали авторы работ [22—27, 31—33]. Необходимо учесть, что даже в высоколегированных сплавах одновременно или сразу же после затвердевания может происходить процесс рекристаллизации. Поэтому для установления связи величины зерна со степенью переохлаждения расплава необходим тщательный металлографический анализ образцов.

В работе [25] показано, что величина зерна чистого никеля при малых степенях переохлаждения мало изменялась до тех пор, пока переохлаждение не достигало примерно 175°C , когда величина зерна резко уменьшалась на порядок (с 0,2 до 0,02 см). Такое уменьшение величины зерна чистого никеля при переохлаждении на 175°C можно связать с изменением формы движущейся

поверхности раздела фаз от ломаной к сферической [23, 24].

Чтобы определить, не было ли такое изменение формы поверхности раздела вызвано миграцией границ зерен после кристаллизации, Коллиган и др. [23] добавляли в никель 2% Ag в предположении, что частицы второй фазы, выделяясь по границам зерен из обогащенной серебром жидкости понизят скорость миграции границ. При малых степенях переохлаждения величина зерна сплава составляла 0,01 см по сравнению с 0,08 см в чистом никеле [27]. Как и в чистом никеле, в сплаве при переохлаждении в 175°С также наблюдалось скачкообразное изменение формы поверхности раздела фаз и величины зерна; и хотя это изменение было менее резким, чем в чистом никеле, в конечном счете в сплаве величина зерна оказалась меньшей.

Катамис и Флеммингс [31] наблюдали аналогичные превращения структуры в сплавах на основе железа. При достижении переохлаждения примерно в 160°С величина зерна снижалась с 0,1 до 0,01 см. Было обнаружено и изменение морфологии дендритов; с увеличением степени переохлаждения форма дендритов изменялась от обычной вытянутой (рис. 6, а) до более сферической (рис. 6, в).

Предложен ряд теоретических объяснений причин указанных структурных превращений, приводящих к увеличению числа зерен при кристаллизации; на эти процессы могут оказывать влияние и скорость зарождения центров кристаллизации, и механизм размножения зародышей, увеличивающий число этих центров. Что касается скорости зарождения центров, то некоторые исследователи полагают, что при определенной степени переохлаждения у поверхности раздела твердой и жидкой фаз возникает явление кавитации; связанный с ним перепад давлений может изменить температуру равновесного затвердевания в соответствии с уравнением Клаузиуса — Клапейрона [25, 33—35].

В механизме размножения, совершенно отличном от описанного, предполагается, что, когда рост дендритов приостанавливается, происходит внезапное уменьшение скорости потоков жидкой фазы по междендритным каналам, компенсирующих объемные изменения при кристаллизации; это внезапное изменение скорости, вероят-

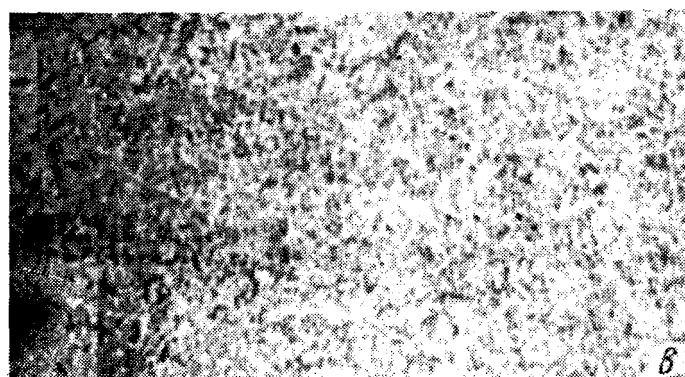
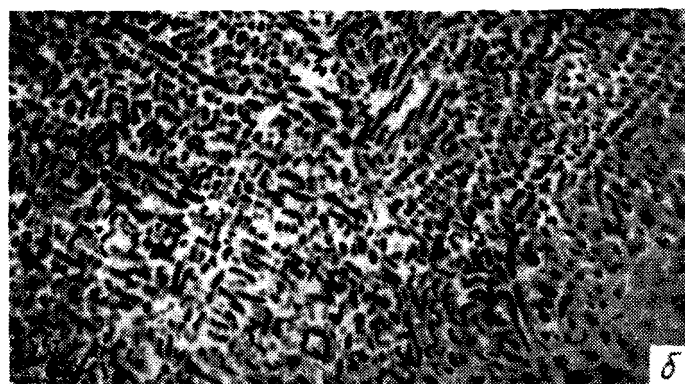
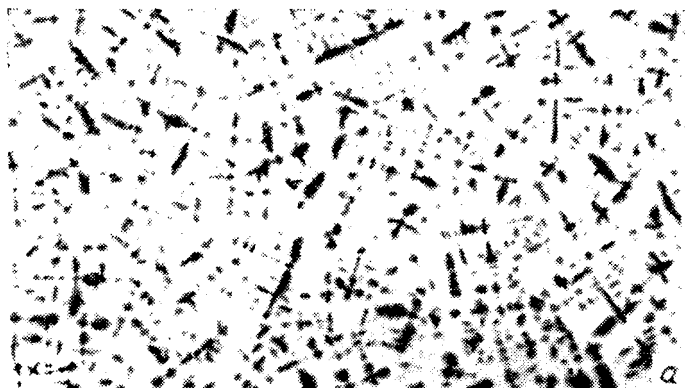


Рис. 6. Изменение формы дендритов сплава на основе железа [31] с повышенной степени переохлаждения. $\times 100$

но, вызывает разбиение неустойчивых рядов мелких дендритов, повышая разориентацию зерен в слитке. Отделение дендритных отростков вызывается потоками жидкой фазы, которые могут быть очень сильны при определенной степени переохлаждения; такое отделение может быть обусловлено также скачкообразным повышением давления при ускорении процесса кристаллизации [26]. Эти механизмы обсуждены Пауэллом и Хоганом в работе [32], которые измеряли величину зерна в сплавах кислород — серебро. Они утверждают, что мелкозернистая структура в этих сплавах возникает в результате превращения, связанного с механизмом рекристаллизации. Высвобождающийся в процессе роста кристаллов кислород оказывает достаточно сильное воздействие, необходимое для возбуждения процесса рекристаллизации, в результате чего зерно измельчается до величины менее 0,002 см.

Изменение состава сплава

Химическое воздействие на процесс зарождения центров кристаллизации может осуществляться двумя различными путями. В сплавах зарождение происходит естественным образом. Здесь необходимо исследовать, каким образом вид и свойства легирующих элементов изменяют литую структуру. Зарождение можно интенсифицировать также химическими добавками, не являющимися легирующими элементами. Важно отметить, что при естественном зарождении центров кристаллизации возникающая структура определяется исключительно характером теплового потока и природой самого сплава. Если же в расплав вводить извне катализаторы зарождения, то кристаллическая структура становится функцией этих гетерогенных зародышей. В настоящее время считают, что даже без введения катализаторов зарождение центров кристаллизации в расплавленных металлах происходит, как правило, гетерогенно¹. Однако о природе уже имеющихся в расплаве частиц примеси или образований, на которых происходит зарождение,

¹ Для гомогенного зарождения центров необходимы переохлаждения порядка $0,2 T_{пл}$ °К, и отсутствие конкуренции со стороны гетерогенного зарождения (см., например, У. Вайнгард. «Введение в физику кристаллизации металлов», М., «Мир», 1967. *Прим. перев.*).

сведений недостаточно, в то время как свойства модификаторов могут быть исследованы и частично известны. И хотя до сих пор нет четких теоретических представлений о механизме воздействия того или иного модификатора, определенные практические рекомендации все же могут быть сформулированы.

Еще раз следует отметить, насколько важно предотвратить рост кристаллов в направлении теплового потока. Этого можно добиться лишь сдерживанием и блокированием роста столбчатых кристаллов зернами, непрерывно зарождающимися перед поверхностью раздела фаз. В любом материале наблюдается спектр величин зерна: области слитка, кристаллизующиеся быстрее, имеют более мелкое зерно; поэтому важно, чтобы при сравнении величины зерна слитков размер образцов и место их вырезки (расстояние от охлаждаемой поверхности) были эквивалентны (это условие не всегда соблюдается при сравнительных оценках, приводимых в литературе). В высоколегированных сплавах всегда имеется достаточное количество ликвиационных дефектов, поэтому материалы, химически обработанные с целью измельчения зерна при кристаллизации, могут проявить повышенную склонность к хрупкости.

Зарождение центров кристаллизации в присутствии растворенных элементов

Зарождение центров кристаллизации при отсутствии второй фазы

При разливке жидкого металла в изложницы зарождение зерен перед поверхностью раздела жидкой и твердой фаз возможно лишь по достижении градиентом температуры критического значения, зависящего от концентрации растворенного вещества. Поэтому можно ожидать, что часть слитка будет иметь мелкозернистую и равноосную структуру, а другая часть — столбчатую (рис. 7); соотношение между ними зависит от температурных условий кристаллизации и от концентрации сплава.

Законченной теории образования равноосных зерен при естественном зарождении центров кристаллизации не разработано и до сих пор, хотя некоторые теоретические представления и гипотезы в общих чертах и наме-

чены [28]. Частичное или полное разделение дендритов [16], концентрационное переохлаждение и гетерогенное зарождение центров кристаллизации [37], зарождение центров на стенках тигля [17—18,38] в значительной мере зависят от тепловых свойств и природы самого сплава. Ранние результаты исследований [39—41] указывали на существование простых соотношений между кон-

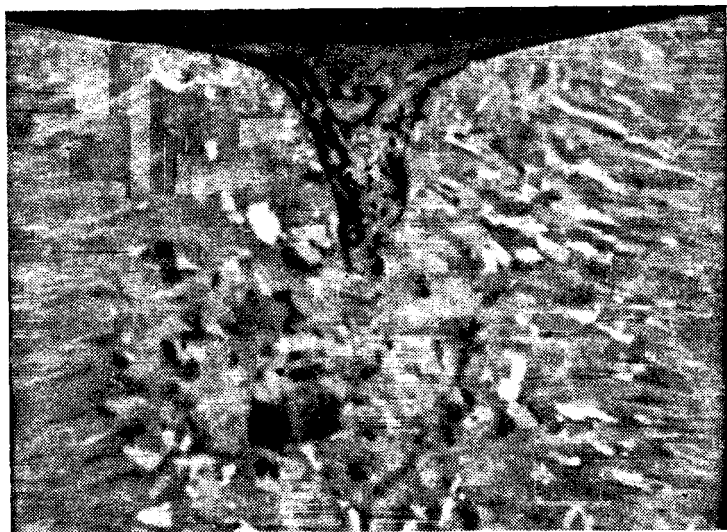


Рис. 7. Микроструктура типичного слитка с зонами столбчатых и равноосных кристаллов

центрацией, температурными условиями кристаллизации и структурой слитка. Однако более позднее из этих исследований [41] подтверждает результаты работы Норткотта [42], в которой показано, что величина зоны равноосных зерен в слитке [% (объемн.)] является весьма сложной функцией состава сплава и градиента температуры. Рис. 8 из работы Норткотта иллюстрирует характер такой зависимости.

Это свидетельствует о том, что концепцию концентрационного переохлаждения нельзя непосредственно использовать для предсказания характера структуры слитков в какой-либо системе сплавов. Объяснение результатов Норткотта состоит в том, что взаимодействие кон-

центрационных и температурных полей, сопровождающих нормальный коллективный рост дендритов, при определенных соотношениях состава, градиента температуры и скорости роста меняет свой характер так, что возникает разделение объема кристаллизующегося металла по температурным условиям, влияющее на его макроструктуру.

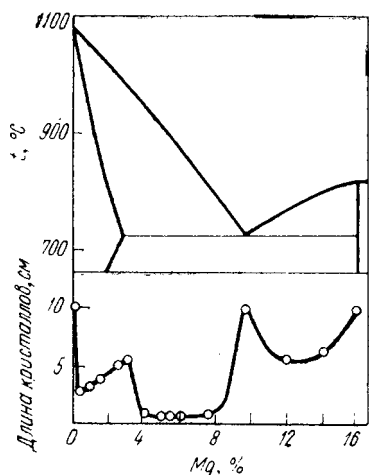


Рис. 8. Изменение размера зоны столбчатых кристаллов в одном направлении в слитке сплава Cu—Mg, демонстрирующее сложную зависимость величины зоны от концентрации [42]

При разливке многих сплавов важным параметром является степень перегрева жидкого металла: обычно величина зерна уменьшается при снижении

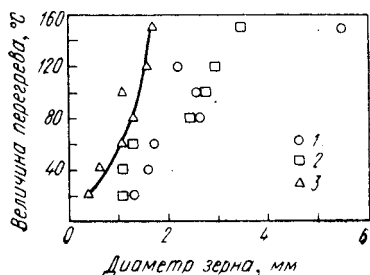


Рис. 9. Зависимость диаметра зерна от степени перегрева и объема слитка в образцах сплава Al+2% Si обычной разливки, отобранных из геометрически равноценных областей слитка [83]. Объем слитка см³: 1 — 5000; 2 — 500; 3 — 50

степени перегрева. Примером может служить соотношение между степенью перегрева при разливке и величиной зерна в сплаве Al+2% Si (рис. 9). Соотношение это не совсем простое: как можно видеть, оно зависит и от размера слитка [83].

Важную роль в формировании структуры слитка играет верхняя поверхность расплавленного металла. При открытой поверхности повышенное излучение тепла может увеличить перепад температур и вызвать конвекционные потоки, способные отделять мелкие дендриты с поверхности раздела твердой и жидкой фаз, приводя тем самым к образованию новых зерен; возможен также рост кристаллов вниз от открытой поверхности металла, выпадение образовавшихся дендритов или их осколков

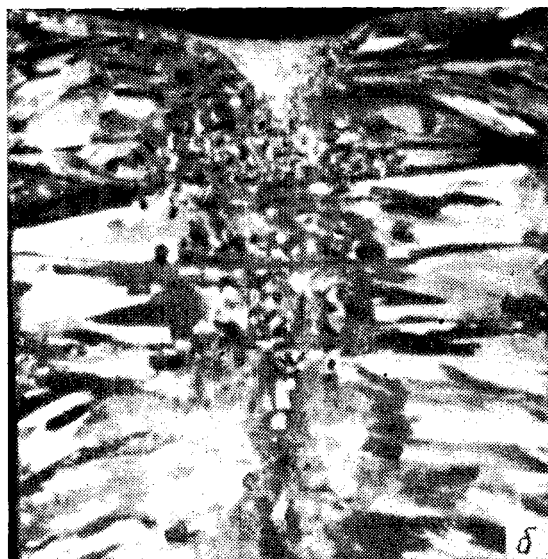
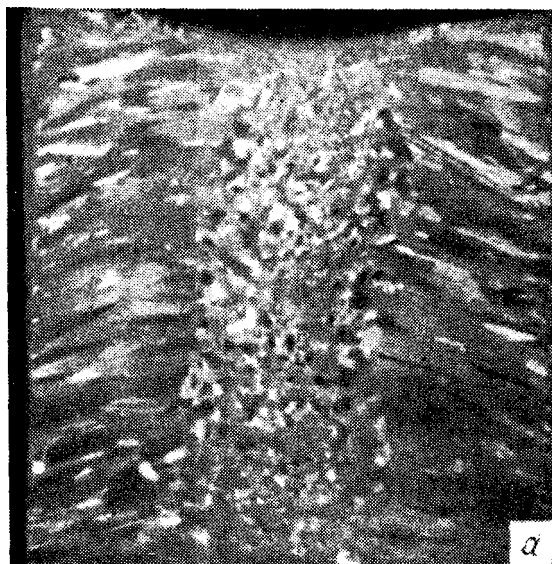


Рис. 10. Структуры двух слитков сплава Sn+3% Zn, закристаллизованных при отсутствии колошников (а) и при наличии горизонтально расположенных колошников (б). $\times 1$

в расплав и зарождение новых зерен. На рис. 10 показано различие структур двух слитков: один из них кристаллизовался при наличии сетчатых перегородок (колошников), задерживавших падающие в расплав дендриты, второй — без таких колошников.

Если перед разливкой произойдет изотермическое выделение из расплава некоторой части первичной фазы, можно легко получить мелкозернистый слиток. При разливке такой суспензии в изложницы затвердевание происходит очень быстро, приводя к мелкозернистой структуре сплава¹.

Зарождение центров кристаллизации в присутствии второй фазы

В большинстве технически интересных сплавов происходят эвтектические, монотектические или перитектические превращения, обычно помогающие зарождению центров кристаллизации. По достижении определенной концентрации растворенного вещества в междендритном пространстве или на границах зерен здесь возникают частицы второй фазы; в высококонцентрированных сплавах ее зарождение происходит в обогащенных растворенными атомами слоях у поверхности раздела жидкой и твердой фаз.

Процесс зарождения второй фазы на частицах первичной фазы понятен не до конца, хотя Сундквист и Мондольфо [44—46] подробно исследовали его в эвтектических сплавах. Установлено, что частицы твердой фазы со сложной кристаллической решеткой должны быть хорошими зародышами для фаз с более простой решеткой; соответственно частицы с более простой решеткой — плохие зародыши для фаз с более сложной кристаллической решеткой. Например, в системе Pb—Sn частицы свинца с трудом вызывают зарождение кристаллов олова, а частицы олова являются эффективными зародышами кристаллов свинца. С этим согласуется и тот факт, что объемная доля равноосных зерен (и их величина) в случае присутствия в расплаве первичных кристаллов свинца отличается от объема зоны равноосных зерен дан-

¹ Отметим, однако, что при этом возникает пористость, уменьшить которую можно приложением давления к кристаллизующемуся металлу.

ного сплава при наличии в расплаве первичных кристаллов олова [41].

Эффективность катализаторов зарождения зависит от целого ряда факторов [47]; важными могут оказаться такие характеристики этих образований, как нарушения правильности строения кристаллической решетки, различие объемов, электронные свойства [48] и поверхностная энергия.

В перитектической реакции образования частиц новой твердой фазы из жидкой и первичного кристалла существует диффузионный барьер; поэтому эта реакция для усиления зарождения, видимо, особенно эффективна: зерна, образовавшиеся в результате такого превращения, обычно остаются очень мелкими. Возникшие частицы твердой фазы, окруженные жидкой фазой переменного состава, действуют как гетерогенные «зародыши», на которых при достаточно малых значениях градиента температуры зарождается первичная фаза. Важной характеристикой процесса зарождения по перитектической реакции является то, что зародыши зерен образуются внутри расплавленного металла, непосредственно перед чистой поверхностью раздела, на которой зарождается матричная фаза — в результате в слитке образуется зона с равноосными зернами.

Во многих технических сплавах присутствуют выделения и такие инородные фазы, как окислы, карбиды или неметаллические включения, служащие катализаторами процесса зарождения центров кристаллизации. Обычно поверхность этих частиц несовершенна, содержит трещины и пустоты неизвестной формы, и если в этих пустотах имеются некоторые частицы твердой фазы, то зарождение может идти преимущественно в этих местах. На это указывает влияние теплового режима кристаллизации на величину образующихся зерен: при достаточной степени перегрева всевозможные твердые зародыши должны исчезать и места преимущественного зарождения пропадают.

Способность неметаллических включений вызывать зарождение центров кристаллизации определяется смачиваемостью включений матричной фазой (в жидком или твердом состоянии)¹; становится все более очевид-

¹ Т. е. величиной краевого угла между включением и находя-

ным, что для этого требуется определенное химическое взаимодействие между двумя фазами. Частицы, выделившиеся из расплава самопроизвольно, могут затем действовать как зародыши, так как выделившиеся частицы обладают ограниченной растворимостью в жидкой фазе.

Использование модификаторов

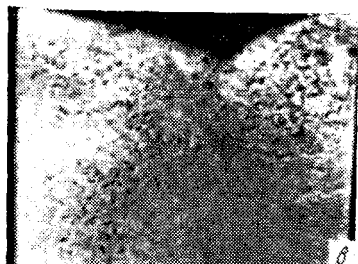
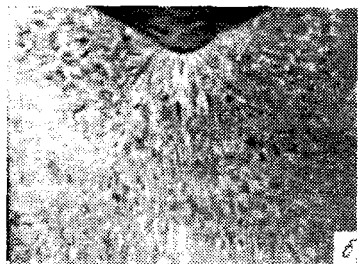
Введение в расплав модификаторов является одним из наиболее традиционных приемов получения мелкозернистых металлических структур, и в настоящее время имеются соответствующие промышленные измельчители зерна для большинства систем сплавов.

Необходимыми признаками хорошего модификатора являются эпитаксиальность, бездефектность строения и высокое значение поверхностной энергии границы раздела между модификатором и кристаллизующейся фазой [44—47]. Помимо этого, разница в плотностях между модификатором и жидким металлом должна быть мини-



Рис. 11. Повышение степени измельчения зерна в алюминии с увеличением содержания модификатора (условия разливки одинаковы). $\times 3/4$. Содержание легирующего элемента, % (по массе):

а — 0,1; б — 0,2; в — 0,35



щимся на нем зародышем твердой фазы (см., например, Чалмерс Б. Теория затвердевания. М., «Металлургия», 1968). *Прим. перев.*

мальной, чтобы предотвратить выпадение в осадок частиц модификатора, которые к тому же должны оставаться в твердом состоянии при температуре кристаллизации. Поверхность хорошего модификатора должна быть чистой и химически реактивной, поэтому необходимым, но недостаточным условием является выделение из расплава тугоплавкого соединения, сохраняющего стабильность при температуре кристаллизации. Типичным примером могут служить добавки титана и бора в алюминий (в промышленных условиях обычно используется определенная комбинация этих двух элементов в сочетании с агентом-распределителем, быстро разносящим добавки по всему объему расплавленного металла). Эти добавки энергично взаимодействуют с расплавленным алюминием, образуя соответствующие комплексы, очевидно, по перитектической реакции. Рис. 11 иллюстрирует это влияние используемого в промышленности модификатора на структуру слитка чистого алюминия¹.

Широко исследуются модификаторы другого типа, используемые, например, в системе Fe—C. Для получения высокопрочного вязкого чугуна с шаровидным графитом важно, чтобы графит зарождался сферической, а не хлопьевидной формы; чрезвычайно эффективными здесь оказываются такие хорошо известные добавки, как магний и редкоземельные элементы.

В системе Al—Si для предотвращения роста длинных игольчатых кристаллов кремния в расплав требуется вводить добавки, в качестве которых обычно используют серу и фосфор. Эти элементы высаживаются на движущейся границе раздела фаз и, воздействуя на поверхностную энергию этой границы, поддерживают равновесие кремния в эвтектике, претерпевающей многократное зарождение, приводящее в итоге к очень мелкозернистой структуре. В результате кристаллы кремния получаются глобулярной, а не игольчатой формы [50, 51]. Такая структура показана на рис. 12. Выбор эффективных модификаторов данного типа, так же как и первого, можно сделать только на основе эмпирических данных.

¹ Для более подробного ознакомления с этим вопросом читателю можно рекомендовать обзор Глэссона и Эмли [49], составивших перечень различных приемов модифицирования алюминиевых и магниевых сплавов.

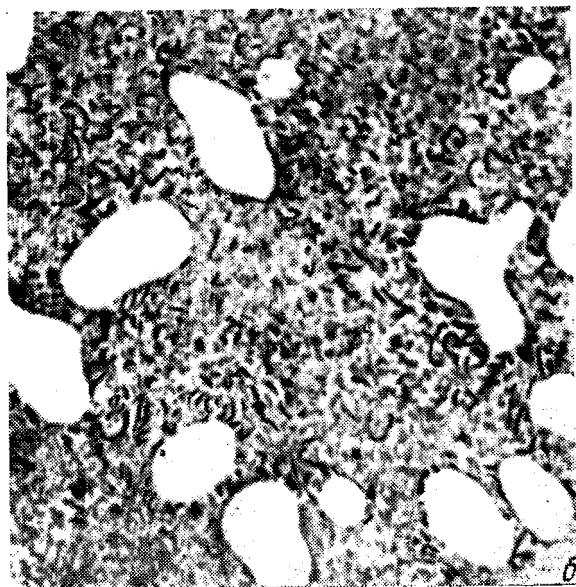
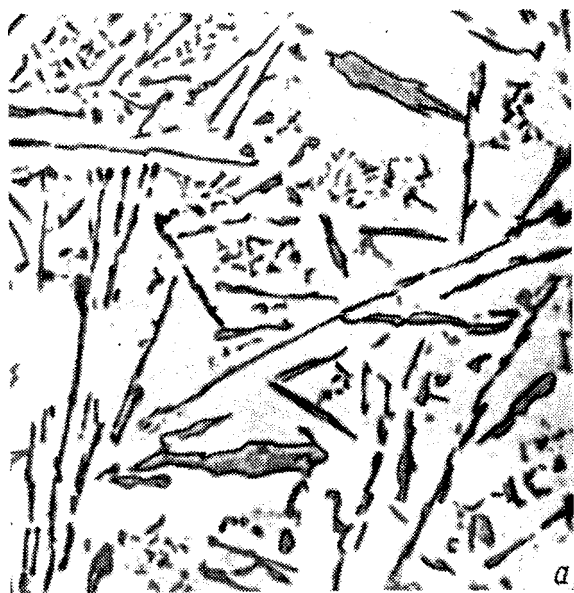


Рис. 12. Влияние модификатора на строение кристаллов кремния в сплаве Al—Si эвтектического состава [86], $\times 300$: а — без модификатора; б — с модификатором

Процесс зарождения центров кристаллизации происходит одновременно с процессом роста твердой фазы за счет движения поверхности раздела. Поэтому максимум эффективности действия модификатора достигается при определенном (критическом) тепловом состоянии окружающей среды, и это является важной особенностью ме-

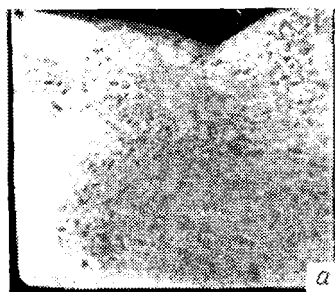
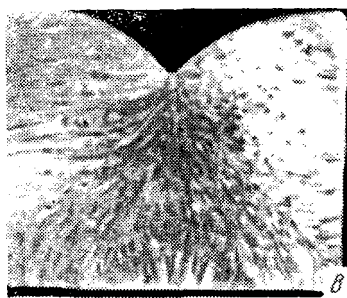
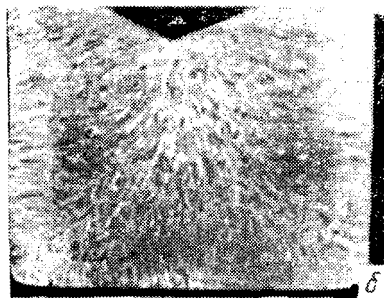


Рис. 13. Влияние степени перегрева на измельчение зерна в слитке при одинаковом содержании модификаторов. $\times 3/4$. Степень перегрева, $^{\circ}\text{C}$:

a — 100; *b* — 50; *в* — 25



тода модифицирования сплавов. Если размер и число зародышей достаточно велики, то рост столбчатых кристаллов сдерживается и слиток будет состоять из мелких равноосных зерен. Если же времени для действия комплексов в расплаве недостаточно, то поверхность раздела при своем движении будет поглощать мелкие зародыши зерен. Пример такой структуры приведен на рис. 13. Алюминий, модифицированный промышленным измельчителем зерна, разливался в слитки при разной степени перегрева и отсутствии внешнего воздействия [содержание модификатора 0,35% (по массе)] [52]:

Степень перегрева, $^{\circ}\text{C}$	100	50	25
Число зерен в 1 см^3	14000	5000	2000
Объем зоны равноосных зерен, %	75	50	25

Из приведенных данных видно, что максимальное измельчение наблюдается только при достаточно низких значениях градиента температур и скорости кристаллизации (т. е. при больших степенях перегрева). Из табл. 1 видно, что степень измельчения зерна и доля мелких зерен возрастают с увеличением содержания модификатора.

В немодифицированном алюминии снижение степени перегрева приводит к уменьшению величины зерна.

Наконец, необходимо сказать о наилучшем способе введения модификаторов в сплав. Частицы модификатора могут не успеть самостоятельно распределиться по всему объему расплавленного металла до начала затвердевания.

Таблица 1

Изменение величины зерна и объема зоны равноосных зерен при кристаллизации «неподвижного» расплава алюминия с изменением содержания модификатора

Содержание промышленного модификатора, F-2, % (по массе)	Число зерен в 1 см ³	Объем зоны равноосных зерен, %
0,01	—	—
0,10	600	20
0,20	25 000	70
0,35	14 000	75
0,50	97 000	99
1,00	500 000	99

Поэтому модификаторы можно вводить в расплав совместно с распределяющим агентом-носителем, переходящим в газообразное состояние при контакте с расплавленным металлом¹. Активные ингредиенты часто вводят в расплав с помощью нанесения тонкого слоя или покрытия на внутреннюю поверхность тигля-кристаллизатора [53]: турбулентный поток разливаемого металла срывает часть покрытия, которая и взаимодействует с расплавленным металлом.

¹ Во многих случаях, однако, сами модификаторы настолько бурно реагируют с расплавом, что происходит их испарение. При этом действие модификаторов постепенно ослабевает.

Взаимодействие с внешними полями

Измельчение структуры слитка внешними воздействиями на кристаллизующийся сплав имеет следующие преимущества по сравнению с внутренними механизмами измельчения: легкость выполнения этих приемов на практике и обеспечение малой степени ликвационности слитка.

Измельчение зерна путем увеличения скорости зарождения центров кристаллизации

Согласно уравнению Клаузиуса — Клапейрона, в условиях кавитации зарождение центров кристаллизации должно усиливаться: при отрицательных давлениях зарождение происходит при температуре, близкой к температуре плавления. Хант и Джексон показали [54], что зарождение кристаллов в условиях кавитации происходит в момент захлопывания пустот, а не в момент их образования (большие отрицательные давления при захлопывании пустот могут также помогать зарождению центров локальным переохлаждением жидкой фазы).

Облучение жидкого металла ультразвуком вызывает в нем явление кавитации. Этот эффект и его влияние на измельчение структуры слитков подробно исследованы в ряде работ [55—58]. В этом методе возбудитель ультразвуковых колебаний находится в контакте с кристаллизующейся системой, и ультразвуковые волны различной частоты и амплитуды вызывают импульсы давления в жидком металле. Данный метод малоэффективен, так как он требует большого расхода энергии. Кроме того, ультразвуковые волны быстро затухают, а при слишком большой энергии излучения расплавленный металл может выплескиваться из тигля. К тому же продолжение действия ультразвука после окончания процесса затвердевания может вызвать в центральной части слитка образование крупных трещин. Существуют и другие трудности, связанные со сроком службы возбудителей колебаний и с необходимостью заранее оценить эффективность применения ультразвука в том или ином случае.

Измельчение структуры размножением зерен

На практике легче измельчить структуру слитка, используя механизм размножения зерен, чем повысить ско-

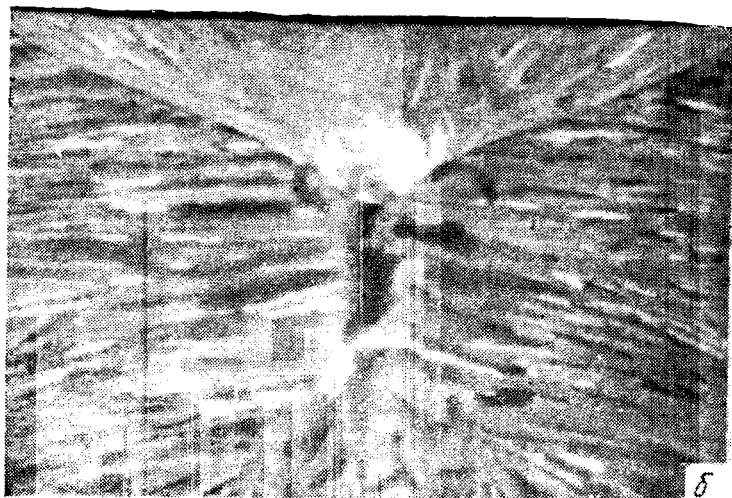


Рис. 14. Микроструктура слитков сплава Sn+3% Zn, разлитых при одинаковой степени перегрева:

a — при действии естественных сил; *б* — при ослабленной равномерном вращением конвекции [14]. $\times 9/10$

рость зарождения центров кристаллизации. Сущность **этого** механизма заключается в том, что отделившиеся от поверхности раздела мелкие дендриты и их обломки служат зародышами новых кристаллов. При слишком высокой температуре отделившиеся частицы вновь расплавляются, поэтому необходим тщательный контроль за тепловым режимом окружающей среды для того, чтобы создать и сохранить многочисленные зародыши твердой фазы. При высокой скорости роста твердой фазы отделившимся мелким дендритам не хватает времени для роста до макроскопических размеров и они поглощаются растущей поверхностью раздела фаз.

В любой системе в результате действия естественных конвекционных потоков, обусловленных различием в плотностях твердой и жидкой фаз, происходит отделение дендритов от верхней поверхности расплава (или где-либо еще) и их разбиение на фрагменты. Когда эти естественные источники измельчения структуры не действуют, то слиток, как правило, состоит из длинных столбчатых кристаллов (рис. 14) [14]. В дополнение к естественным, внутренним силам необходимо каким-либо образом вызвать принудительное движение жидкой фазы. Сделать это можно с помощью механической вибрации, переменных магнитных и электромагнитных полей, методом качаний и воздействием ультразвука. Вообще говоря, все эти методы способствуют отделению мелких дендритов, но максимально мелкое зерно получается в том случае, когда удаленные со своих мест вблизи поверхности раздела фаз твердые частицы разносятся по всему объему жидкости при температуре, близкой к точке плавления. Эти приемы измельчения структуры слитков рассмотрены дальше.

Применение ультразвука, механической вибрации, пропускания пузырьков газа

Ранее было отмечено каталитическое действие ультразвукового облучения на зарождение центров кристаллизации посредством вызываемого им явления кавитации. Ультразвуковое возмущение, достигнув поверхности раздела фаз, очевидно, способно также отделить мелкие дендриты. Действие ультразвука можно рассматривать как предельный случай механических вибраций, кото-

рый, как показано, обеспечивает сильную модификацию литых структур [60—65]. Таким способом измельчали структуру алюминиевых сплавов, нержавеющей стали и других металлических сплавов. При этом выявилась основная закономерность: величина зерна уменьшается с повышением амплитуды вибрации. Сотин [59] предположил, что наблюдаемое измельчение зерна обусловлено отделением дендритов от поверхности расплава при действии вибраций, и показал, что это явление могло бы происходить при вибрации, вызываемой простым постукиванием по стенкам тигля. Показано, что механическим возмущением можно вызвать зарождение центров кристаллизации в переохлажденном расплаве. Этот эффект, вероятно, обусловлен механизмом кавитационного возбуждения процесса зарождения кристаллов.

Основной недостаток вибрационного и ультразвукового методов состоит в том, что смещение отделившихся осколков твердой фазы от их первоначального положения у границы раздела очень незначительно. Тем не менее для переохлажденных расплавов вибрационный метод чрезвычайно эффективен, если его применяют в период рекалесценции: происходит полная разориентация тонкой сетки растущих дендритов, приводящая к измельчению структуры слитка. Такого же эффекта можно добиться пропусканием газовых пузырьков через расплав в момент начала кристаллизации [66]. Необходимо отметить, однако, что в результате применения этого метода материал становится пористым, что может явиться причиной механической хрупкости.

Вращающееся магнитное поле. Воздействие электромагнитных полей

Установлено, что вращающиеся магнитные поля являются эффективным средством против появления больших столбчатых кристаллитов в литых структурах, которые обычно возникают в «неподвижных» слитках [67—68]. При соответствующей настройке аппаратуры жидкость приводится во вращение, следуя направлению поля. Данный метод успешно применяли для измельчения литой структуры сплавов на основе железа при обычной и непрерывной разливке, но стоимость его весьма высока вследствие больших затрат электроэнергии. В этом методе отделение мелких дендритов обеспечивается боль-

шими сдвиговыми напряжениями, возникающими у поверхности раздела фаз. Широко исследуется возможность применения таких полей к переохлажденным расплавам. Отмечено их модифицирующее действие на литую структуру [69, 70].

Взаимодействие постоянного магнитного поля, приложенного в направлении нормали к жидкому металлу, с возникающим в нем постоянным электрическим током вызывает появление сил Лоренца в жидкой фазе и усиливает ее движение. Этого движения достаточно для расплавления и отламывания дендритов от растущей поверхности раздела фаз, и оно является причиной значительного измельчения зерна [71—72].

Метод качаний

Этот метод имеет две разновидности: качание волнообразной формы и циклическое качание, при котором тигель совершает несколько оборотов до того, как происходит изменение направления вращения. Первый способ подобен вибрационному методу, в котором отделившиеся частицы твердой фазы остаются в сущности на тех же местах, на которых они находились в момент отделения от поверхности раздела фаз [60]. Последний метод начали изучать недавно [13, 14]. Показано, что применение его приводит к резко выраженному измельчению зерна. Кроме отделения частиц твердой фазы по механизму расплавления шеек и отламывания осколков дендритов, в данном случае достигается равномерное перераспределение отделившихся частиц по всему объему жидкой фазы. Так как при движении жидкости градиенты температур в системе уменьшаются, любая отделившаяся от поверхности раздела фаз твердая частица может легко сохраниться в окружающей ее жидкой среде, имеющей повсюду почти одинаковую температуру. На рис. 15 показана степень измельчения структуры, которой можно ожидать при использовании этого метода. Можно повысить дисперсность структуры даже в слитках чистых металлов, но эффект будет минимальным. Обычно необходимы легирующие добавки, и чем выше концентрация сплава, тем более значительно измельчение (табл. 2, рис. 16) [84].

Весьма отличные от предыдущих результаты получаются при совместном действии качаний и модификаторов

Таблица 2

Влияние качаний на измельчение структуры слитков сплавов Al—Cu

Cu, % (по массе)	Число столбчатых зерен на площади в 1 см ²		Объем зоны равноосных зерен, %	
	в неподвижных слитках	при наложении качаний	в неподвижных слитках	при наложении качаний
0	100	38	0	≤2
0,05	—	37	—	1,5—5
0,1	125	55	0	4—7
0,25	—	260	—	10—12
0,5	330	480	0	18—22
0,75	—	300	—	20—24
1,0	520	450	0	22—27
2,0	710	560	1—2	~46
4,0	680	920	5,7—2	—
6,0	820	950	15	—

[52]. Образующиеся при модифицировании комплексы разносятся по всему объему расплава потоками жидкости и могут сосредоточиться в центральной части слитка. В неподвижном расплаве на комплексах зарождаются мелкие зерна вблизи поверхностей раздела, находящихся в более холодных частях слитка, и если количество

Таблица 3

Влияние качаний изложницы на измельчение зерна модифицированного алюминия¹ (внешнее воздействие $\Omega = \pm 150$)

Содержание модификатора, %	Число зерен в 1 см ³	Объем зоны равноосных зерен, %
0,01	300	15
0,1	15 000	20
0,35	51 000	80
0,5	110 000	85
1,0	1 400 000	99,9

¹ Сравнение этих результатов с данными, приведенными в табл. 1, свидетельствует о том, что при одном и том же содержании модификатора качание изложницы способствует большему измельчению зерна в слитках.

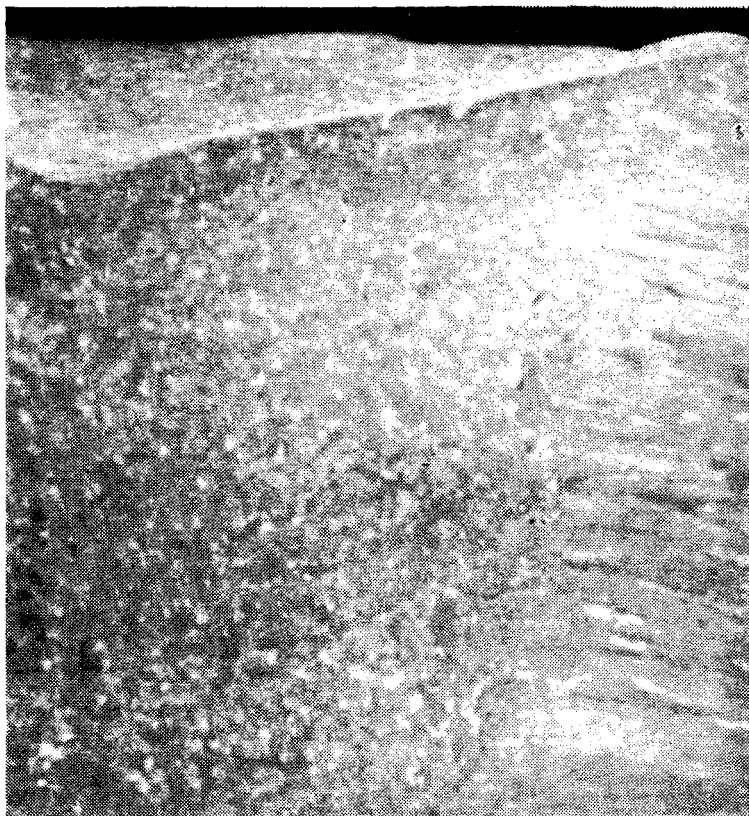


Рис. 15. Измельчение зерна в слитке сплава Sn+3% Zn (см. рис. 14) в результате действия качаний по заданной программе [14]. $\times 1$. На рисунке показана половина слитка

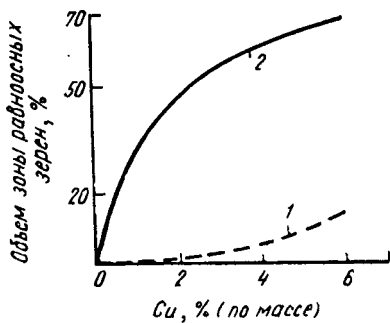


Рис. 16. Влияние качаний и состава на объемную долю зоны равновесных зерен в сплавах Al—Si [84]:

1 — стационарные условия;
2 — наложение качаний

этих зерен достаточно велико, объем зоны со столбчатой структурой будет незначителен. Под действием сдвиговых напряжений, возникающих при качаниях, эти комплексы уносятся из области поверхности раздела фаз до того, как они окажутся способными блокировать рост столбчатых кристаллов, и центральная часть слитка будет состоять из множества равноосных зерен (табл. 3).

Замечания о связи структуры со свойствами сплава

Все методы получения мелкозернистых слитков больших размеров можно разбить на три группы: 1) основанные на регулировании температурного режима кристаллизации; 2) основанные на изменении состава сплавов введением легирующих добавок и модификаторов; 3) использующие внешние силовые поля.

Большинство этих методов используют на практике, несмотря на недостаточное понимание механизмов измельчения зерна. Процесс зарождения зерен протекает более ускоренно, если температура системы ниже равновесной температуры кристаллизации, и применение любого из рассмотренных методов способствует сильному измельчению структуры слитков. Относительно необходимости и целесообразности такого измельчения единого мнения нет, что свидетельствует о недостаточности наших знаний в данной области. Приведенные на рис. 17 результаты исследования связи величины зерна со свойствами слитков, полученные Сибиллой и Радлом [82], аналогичны соотношениям, выявленным в более поздних исследованиях, и не приходится сомневаться в их справедливости. Но все же неясно, являются ли наблюдаемые закономерности прямым следствием влияния величины зерна на свойства материала или же эти соотношения есть результат косвенного действия измельчения, поскольку при этом меняются также и междендритные расстояния?

Важно отметить, что так как эти расстояния зависят главным образом от скорости кристаллизации, то размеры дендритов и междендритная ликвация не могут быть изменены введением модификаторов; но на них можно повлиять быстрым охлаждением. При этом возникает необходимость исследования влияния вторичных эффектов измельчения структуры на свойства литого металла. Не располагая такими данными, мы сошлемся на хорошо известные результаты работы [84], в которой показано, что изменение размеров дендритов не точно следует за изменением величины зерна при повышении концентрации сплава: размер дендрита остается постоянным выше определенной концентрации сплава, в то время как размеры столбчатых и равноосных зерен продолжают уменьшаться. К сожалению, объем проведенных до настоящего времени исследований явно недостаточен и не позволяет выявить все аспекты влияния величины зерна на свойства металлов и сплавов.

Следует отметить недостаточность информации по регулированию величины зерна в двухфазных сплавах. Относительно эвтектических сплавов можно сказать, что расстояние между пластинами, видимо, является более важным параметром, определяющим

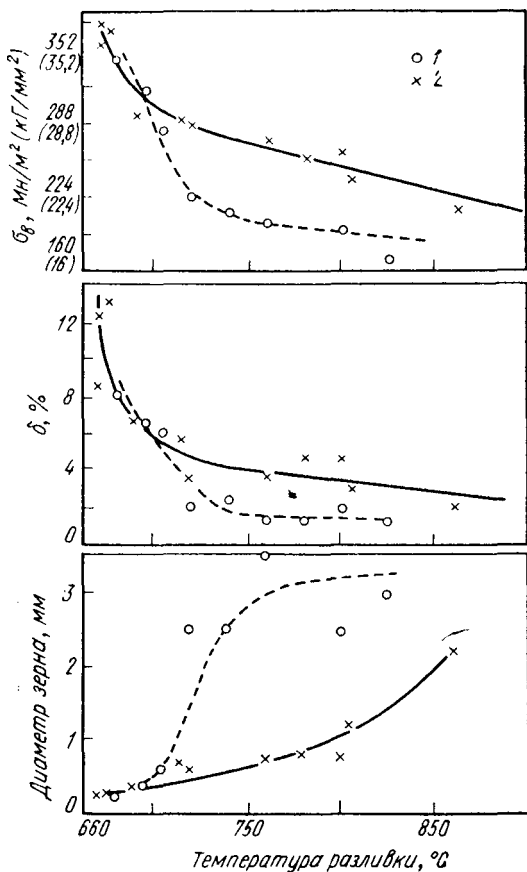


Рис. 17. Связь между величиной зерна и механическими свойствами алюминиевых сплавов [82]. Изменение предела прочности, удлинения и величины зерна литых прутков сплава 304, очищенного от газов:

1 — плавки, перегретые перед разливкой; 2 — разливка без перегрева

свойства сплава, чем размер зерна. Что касается других двухфазных сплавов, то наличие фазы игольчатой формы, видимо, оказывает решающее влияние на механические свойства независимо от того, присутствует ли вторая фаза в количествах, соответствующих эвтектическому составу. Возможно, что более важным является действие хрупких включений и т. д. Всеми этими факторами можно, очевидно, весьма эффективно управлять в процессе кристаллизации.

Дополнение

У. А. Дин, Л. А. Уиллей

Влияние титана и совместного введения титана и бора на измельчение зерна алюминия различной чистоты

Было изучено влияние добавок титана и совместно титана с бором на измельчение зерна алюминия различной чистоты. Полученные результаты представлены на рис. 1. Алюминий выплавляли в графитовом тигле в потоке хлора при 732°С. После расплавления в него добавляли титан или совместно титан и бор. Расплавленные пробы перемешивали и разливали в холодные литые железные изложницы. Химический анализ показал, что содержание титана и бора было близко к расчетным значениям.

Состав образцов по примесям приведен в таблице.

Содержание примесей в образцах, %

Номер образца	Al,	Cu	Fe	Si
202 416	99,999* ¹	—	0,0001	0,0002
198 257	99,99* ²	0,002	0,001	0,001
310 534	99,75	0,00	0,12	0,072
199 947	99,0	0,16	0,58	0,20

*¹ Очищенный зонной плавкой.

*² Очистка по Хоопсу.

В зонноочищенном алюминии измельчающее действие титана в присутствии бора или без него было невелико или вовсе отсутствовало при низких содержаниях титана, в то время как в алюминии, очищенном по методу Хоопса, измельчение было заметным. Однако, когда концентрация титана в жидкости достигала или превышала 0,15% при перитектической температуре, измельчение зерна было весьма значительным. Этот эффект хорошо известен. Полагают, что основной механизм измельчения — гетерогенное зарождение на первичных кристаллах. Если измельчение не наблюдалось при добавлении титана, то его не было и при совместном введении титана и бора.

Более сложная картина наблюдается в менее чистом алюминии. Заметное измельчение зерна¹ отмечалось в алюминии чистотой

¹ Наиболее мелкозернистая структура (см. рис. 1) отмечена в сплаве 99,0% Al+0,3% Ti (плотность зерен составляла 45 зерен на 1 мм², что соответствует 2,6 балла по шкале ASTM). *Прим. авт.*

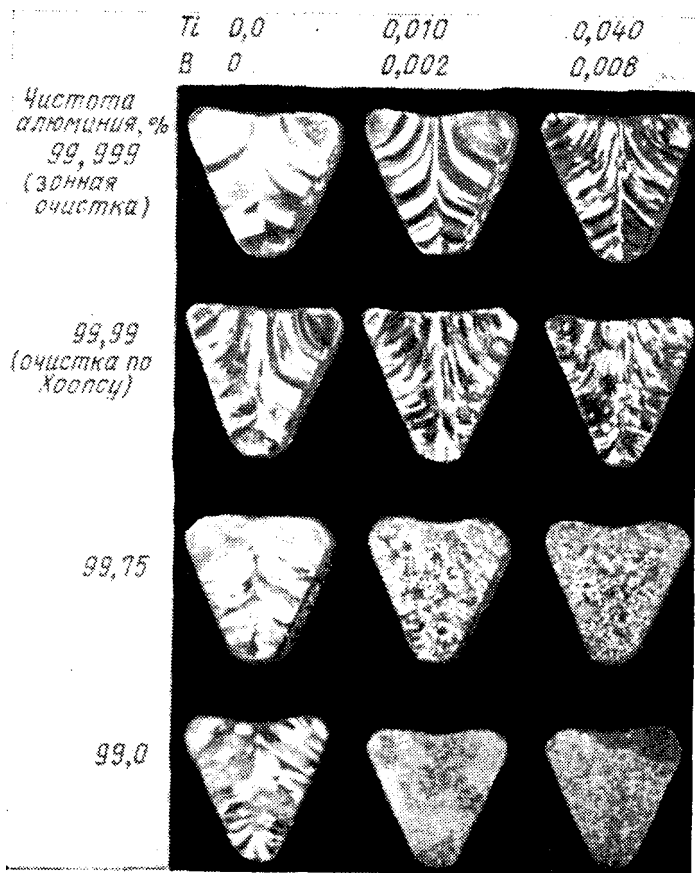


Рис. 1. Измельчение зерна в алюминии различной чистоты при
Образцы разрезаны по центру и структура выявлена травлением

99,75 и 99,0% даже при низких содержаниях титана. Полагают, что здесь сказывается дополнительное влияние концентрационного переохлаждения, вызываемого примесями, особенно железа и кремния, содержание каждого из которых в жидкой и твердой фазах может быть заметно разным.

Список литературы

1. Rutter J. W., Chalmers B. Can. J. Phys., 1953, v. 31, p. 15.
2. Uhlmann D. R., Chalmers B. «The Energetics of Nucleation», I and EC, 1965, v. 57, p. 19.

Тл	0,010	0,040	0,150
В	0	0	0

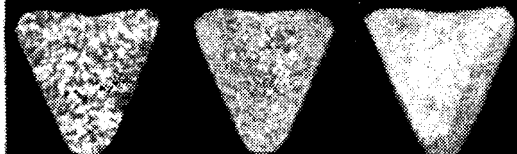
Чистота
алюминия, %
99,999
(заванная
очистка)



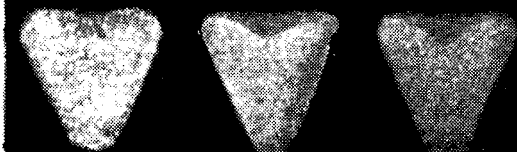
99,99
(очистка по
Хопксу)



99,75



99,0



введении только титана или при совместном введении титана и бора.
в 10%-ном растворе NaOH. $\times 1$

- Duwez P., Willens R. H. Trans. Met. Soc. AIME, 1963, p. 362.
- Giesson B. C., in «Strengthening Mechanisms: Metals and Ceramics», Syracuse University Press, 1966, p. 273.
- Todda T., Madden R. Trans. Met. Soc. AIME, 1969, v. 245, p. 1045.
- Bower T. F., Flemings M. C. Trans. Met. Soc. AIME, 1967, v. 239, p. 216.
- Biloni H., Morando R. Trans. Met. Soc. AIME, 1968, v. 242, p. 1121.
- Biloni H. The Solidification of Metals, I. S. I. Publication, 1968, v. 110, p. 74.

9. Biloni H., Chalmers B. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1965, v. 233, p. 373.
10. O'Hara S., Tiller W. A. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 497.
11. Tiller W. A., O'Hara S. *The Solidification of Metals*, I. S. I. Publication, 1968, v. 110, p. 27.
12. Cole G. S., Bolling G. F. *The Solidification of Metals*, I. S. I. Publication, 1968, v. 110, p. 323.
13. Cole G. S., Bolling G. F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 1860.
14. Cole G. S., Bolling G. F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 1824.
15. Uhlmann D. R., Seward T. P., Chalmers B. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1966, v. 236, p. 527.
16. Jackson K. A. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1966, v. 236, p. 149.
17. Chalmers B. *J. Aust. Inst. Metals*, 1963, v. 8, p. 255.
18. Biloni H., Chalmers B. *J. Mat. Sci.*, 1968, v. 3, p. 139.
19. Owen M. *The British Foundryman*, 1966, v. 59, p. 415.
20. Вейник А. И. *Теория особых видов литья*, Машгиз, 1958.
21. Diamond G. X. *Modern Casting*, October 1967, p. 62.
22. Lindenmeyer C. S., Chalmers B. *J. Chem. Phys.*, 1966, v. 45, p. 2807.
23. Colligan G. A., Loomis W. T., Suprenant V. A. *J. Aust. Inst. Metals*, 1965, v. 10, p. 90.
24. Colligan G. A., Bayles B. I. *Acta Met.*, 1962, v. 10, p. 895.
25. Walker J. L. In «*Physical Chemistry of Process Metallurgy*», Part 2, Interscience, 1961, p. 845.
26. Glicksman M. E. *Acta Met.*, 1965, v. 13, p. 1231.
27. Glicksman M. E., Schaefer R. J. In «*The Solidification of Metals*», I. S. I. Publication, 1968, v. 110, p. 43.
28. Lindenmeyer C. S., a. o. *J. Chem. Phys.*, 1957, v. 27, p. 822.
29. Schaefer R. J., Glicksman M. E. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 259.
30. Flemings M. C., Myers M., Brower W. E. Jr. *Massachusetts Institute of Technology Report AMMC CR 64-07F*, 1968.
31. Kattamis I. Z., Flemings M. C. *Modern Castings*, 1967, v. 52, p. 97.
32. Powell G. L. F., Hogan L. M. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, v. 245, p. 407.
33. Horvay G. In «*Physical Chemistry of Process Metallurgy*», Part 2, Interscience, 1961, p. 1315.
34. Horvay G. *Int. J. Heat and Mass Transfer*, 1965, v. 8, p. 195.
35. Чалмерс Б. *Теория затвердевания*. М., «Металлургия», 1968.
36. Cole G. S. *Can. Met. Quart.*, 1970, v. 8, p. 189.
37. Winegard W. C., Chalmers B. *Trans. ASM*, 1954, v. 46, p. 1214.
38. Kondic V., *Acta Met.*, 1958, v. 6, p. 660.
39. Plaskett T. S., Winegard W. C. *Trans. ASM*, 1959, v. 51, p. 291.
40. Elliott R. *British Foundryman*, 1964, v. 57, p. 398.
41. Cole G. S., Bolling G. F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 153.
42. Northcott L. J. *Inst. Met.*, 1938—39, v. 65, p. 173.
43. Meier J. W., Couture A. *Trans. AFS*, 1960, v. 68, p. 636.

44. Sundquist B. E., Mondolfo L. F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1961, v. 221, p. 157.
45. Sundquist B. E., Mondolfo L. F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1961, v. 221, p. 607.
46. Mondolfo L. F. *J. Aust. Inst. Metals*, 1965, v. 10, p. 169.
47. Crossley P. B. a. o. *The Solidification of Metals*, 1968, v. 110, p. 10.
48. Tiller W. A., Takahashi T. *Acta Met.*, 1969, v. 17, p. 483.
49. Classon E. L., Emley E. F. *The Solidification of Metals*, I. S. I. Publication, 1968, v. 110, p. 1.
50. Crossley P. B., Mondolfo L. F. *Modern Castings*, 1966, v. 49, p. 89.
51. Ghosh S., Mott W. J. *Modern Castings*, 1964, v. 72, p. 721.
52. Cole G. S. a. o. *Met. Trans.*, 1970, v. 1, p. 1413.
53. Reynolds J. A., Tottle C. R. *J. Inst. Metals*, 1951—1952, v. 80, p. 93.
54. Hunt J. D., Jackson K. A. *J. Appl. Phys.*, 1966, v. 37, p. 254.
55. Lane D. H. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1960, v. 218, p. 985.
56. Lane D. H., Tiller W. A. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1960, v. 218, p. 991.
57. Bates H. E., Weinstein M. J. *Electr. Soc., Solid State Science*, 1967, v. 114, p. 259.
58. Araki T. *Trans. Nat. Res. Inst. Metals, Japan*, 1962, v. 4, p. 89.
59. Southin R. T. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 220.
60. Wojciechowski S., Chalmers B. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 690.
61. Wallace J. F. *J. Metals*, 1963, v. 15, p. 372.
62. Richards R. S., Rostoker W. *Trans. ASM*, 1956, v. 48, p. 884.
63. Ferrero M., Revizza P. *Rev. de Met.*, 1960, v. 9, p. 501.
64. Freedman A. H. Wallace J. F. *Trans. AFS*, 1957, v. 65, p. 578.
65. Southin R. T. *J. Inst. Metals*, 1966, v. 94, p. 401.
66. Southin R. T. *The Solidification of Metals*, I. S. I. Publication, 1968, v. 110, p. 305.
67. Schaaber O. *Mem. Sci. Rev. Met.*, 1963, v. 60, p. 435.
68. Poppmeier W. a. o. *J. Metals*, 1966, v. 18, p. 1109.
69. Johnston W. A. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1963, v. 227, p. 890.
70. Johnston W. A. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1965, v. 233, p. 1856.
71. Cole G. S., Bolling G. F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1966, v. 236, p. 1366.
72. Pfann W. G., Dorsi G. *Rev. Sci. Inst.*, 1957, v. 28, p. 720.
73. Westbrook J. H. *Met. Rev.*, 1964, v. 9, p. 415.
74. Kear B. H., Pearcey B. J. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 1209.
75. Brody H. D., Flemings H. G. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1965, v. 236, p. 615.
76. Bower T. F., Brody N. D., Flemings M. C. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1965, v. 236, p. 624.
77. Weinberg F. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1961, v. 221, p. 415.
78. Church N. a. o. *Modern Castings*, 1966, v. 49, p. 129.

79. Bardes B. P., Flemings M. C. Modern Castings, 1966, v. 50, p. 100.
80. Flemings M. C. a. o. Trans. AFS, 1959, v. 67, p. 614.
81. Kattamis T. Z., Flemings M. C. Trans. Met. Soc. AIME, 1965, v. 233, p. 992.
82. Cibula A., Ruddle R. W. J. Inst. Metals, 1949—50, v. 76, p. 361.
83. Morando R. a. o. Met. Trans., 1970, v. 1, p. 1407.
84. Cole G. S., Bolling G. F. Trans. Met. Soc. AIME, 1969, v. 245, p. 725.
85. Biloni H. a. o. Trans. Met. Soc. AIME, 1965, v. 233, p. 1926.
86. Dyke R. H. Trans. AFS, 1951, v. 59, p. 28.

УДК 539.378.6 : 620,186, 8 : 669,017,3

Э. П. АБРАХАМСОН

ПОЛУЧЕНИЕ СВЕРХМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ КОНТРОЛИРУЕМОГО ЛЕГИРОВАНИЯ

Практическое использование сверхмелкозернистых материалов возможно при условии стабильности их структуры в процессе эксплуатации при рабочих температурах. В чистых металлах движущая сила роста зерен настолько велика, что добиться сильного измельчения зерна в изделиях больших размеров весьма трудно. Одним из действенных способов сдерживания роста зерен является легирование сплавов. Введение легирующих добавок в твердый раствор или присутствие их в сплаве в качестве второй фазы заметно снижают подвижность границ зерен.

Цель данной статьи — дать обзор данных по влиянию легирования на рост зерен и рекристаллизацию и показать, каким образом эти результаты можно использовать при создании сплавов со сверхмелкозернистой структурой.

Рост зерен в чистых металлах

Простейшая теория [1, 2] дает закон роста зерен в виде:

$$D^2 - D_0^2 = K\tau \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (1)$$

где D — диаметр зерна;
 D_0 — исходный диаметр зерна;
 K — постоянная;
 τ — продолжительность выдержки при температуре T .

Это выражение можно обобщить, сделав следующие допущения в отношении величины Q :

$$Q = 35T_{\text{пл}} (^\circ\text{K}), \quad (2)$$

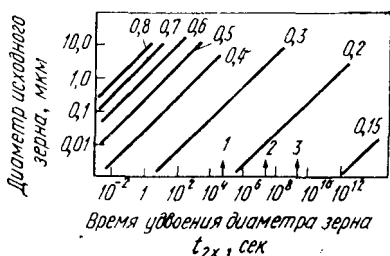
где Q — энергия активации самодиффузии, *дж/г-атом* (*ккал/г-атом*);

$$Q_1 = 0,5Q, \quad (2a)$$

где Q_1 — энергия активации миграции границ зерен. Линейная зависимость энергии активации Q от температу-

Рис. 1. Зависимость величины зерна от температуры и продолжительности выдержки, необходимых для его удвоения:

1 — 1 сутки; 2 — 1 год; 3 — 100 лет. Цифры у прямых — гомологическая температура T_{H}



ры плавления сплава $T_{\text{пл}}$ известна давно, а выбор коэффициента пропорциональности в уравнении (2) равным 35 был сделан, видимо, на основе данных работы [3]. Справедливость равенства (2a) зависит от типа и количества присутствующих в сплаве примесей, движущей силы роста зерен и от ряда других факторов, рассмотренных в работах [4, 5].

Полагая $K=0,1$ *см/сек* [1], из уравнений (1) и (2) получим:

$$D^2 - D_0^2 = 0,1\tau \exp(-9T_{\text{H}}). \quad (3)$$

Здесь $T_{\text{H}} = \frac{T}{T_{\text{пл}}}$ — гомологическая температура.

Обозначим через τ_{2x} время, необходимое для удвоения диаметра исходного зерна. Приведенная серия прямых на рис. 1 иллюстрирует связь этого параметра с диаметром исходного зерна D_0 и гомологической температурой T_{H} . Прямые построены в предположении, что диа-

метр исходного зерна удваивается за время $\tau=1$ сек при гомологической температуре $T_H=0,6$. Для различных металлов это соответствует температуре:

$t, ^\circ\text{C}$	820	770	547	293	93
Элемент	Fe	Ni	Cu	Al	Pb

Принимая время в 1 сек за минимальное время процесса деформирования материалов, находим, что температура $T_H=0,6$ является, вероятно, тем верхним пределом, при котором могут обрабатываться чистые металлы со сверхмелкозернистой структурой.

Принимая $\tau_{2x}=1$ году и диаметр исходного зерна $D_0=1$ мкм, получим предельное значение рабочей температуры $T_H=0,3$.

Для различных металлов это соответствует:

$t, ^\circ\text{C}$	7	134	271
Элемент	Al	Cu	Fe

Рост зерен в присутствии выделений

Частицы включений и выделения второй фазы существенно ограничивают рост зерен в металлах и сплавах.

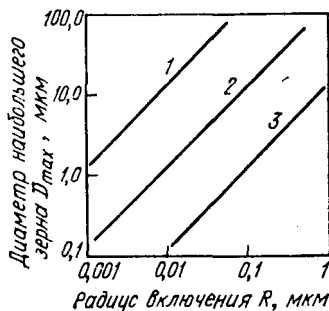


Рис. 2. Влияние величины и количества включений на величину зерна при $D_{\max} = 4/3 \cdot R/F$:

1 — $F=0,1\%$ (по объему);
2 — 1; 3 — 10

Зенер и Смит [6] получили выражение для диаметра максимального зерна в металлах при наличии включений:

$$D_{\max} = \frac{4R}{3F}, \quad (4)$$

где R — радиус включений;
 F — их объемная доля.

Последующая экспериментальная проверка и более тщательный теоретический анализ [7] показали, что это выражение является достаточно точным. Прямые, приведенные на рис. 2, графически представляют соотношение (4) в диапазоне сверхмелкого зерна. Для того чтобы диаметр наибольшего зерна D_{\max} сплава был меньше 1 мкм, количество частиц второй фазы в нем должно составлять несколько объемных процентов, а диаметр этих частиц не должен превышать нескольких сот ангстрем.

Влияние легирования

В бинарных сплавах зависимость температуры рекристаллизации от содержания легирующего элемента является линейной, но при определенной (критической) концентрации на кривой этой зависимости наблюдается перелом.

При легировании переходных металлов температура рекристаллизации, как правило, повышается, причем

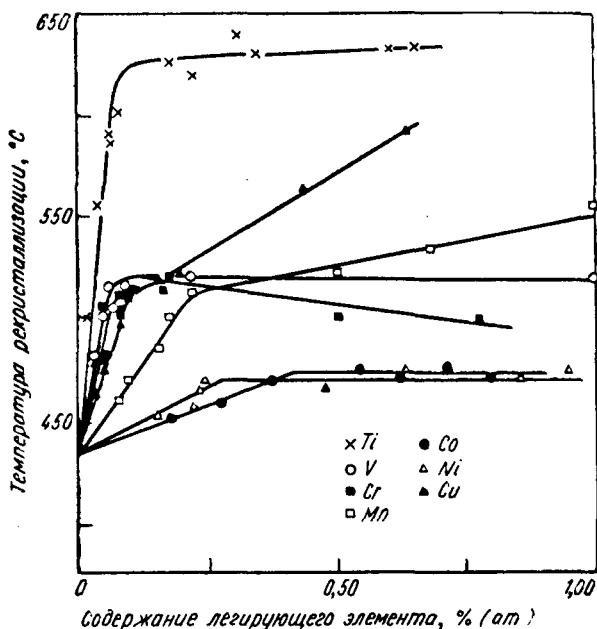


Рис. 3. Зависимость температуры рекристаллизации железа от содержания в нем элементов переходных подгрупп Периодической системы

влияние различных легирующих элементов неодинаково [8; 9; 10, с. 1196, 1193; 11, с. 265, 727]. Например, на температуру рекристаллизации железа титан влияет эффективнее, чем кобальт (рис. 3). Чем интенсивнее рост температуры рекристаллизации сплава при малых концентрациях легирующего элемента, тем быстрее про-

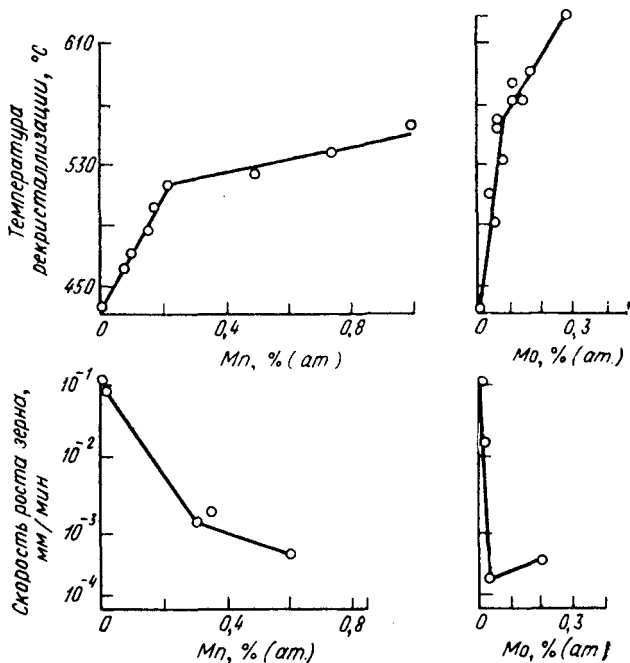


Рис. 4. Сравнение данных по рекристаллизации [8] и по росту зерен [15] для сплавов Fe—Mn и Fe—Mo типа разбавленных растворов

исходит изменение наклона кривой состав — температура рекристаллизации.

С увеличением содержания легирующего элемента температура рекристаллизации сплава повышается, что обуславливает снижение скорости роста зерен при какой-либо заданной температуре. Но это справедливо только до определенной концентрации, выше которой скорость роста зерен снижается менее интенсивно и даже может возрастать [12] (рис. 4). Вольфрам оказывает подобное влияние на свойства железа (рис. 5): из всех исследо-

ванных сплавов с различным содержанием вольфрама и одинаковым исходным размером зерна наиболее мелкозернистым после холодной деформации и отжига оказался сплав с содержанием вольфрама, близким к критической концентрации.

Теперь можно сформулировать ряд требований и условий, выполнение которых необходимо для успешного практического применения мелкозернистых материалов:

1. Температура рекристаллизации таких материалов должна быть достаточно высокой, чтобы иметь возможность повысить температуру их эксплуатации.

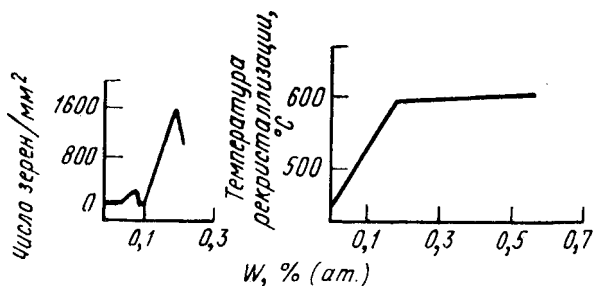


Рис. 5. Влияние вольфрама на некоторые свойства железа после холодной деформации на 90% и отжига при 800° С. 1 и [8]

2. Температуру эту следует выбирать таким образом, чтобы за время службы не произошло значительного роста зерен материала.

3. Необходимо обеспечить минимальный рост зерен при горячей деформации мелкозернистых материалов и повысить стабильность конечной мелкозернистой структуры путем введения легирующих добавок в критических концентрациях, а также частицами выделений второй фазы, распределенными в сплаве.

Реальность и выполнимость требований и условий зависят от целого ряда факторов, влияние которых на свойства материалов было исследовано на примере сплавов на основе стали 1010 с различным содержанием вольфрама, выбранного в качестве ингибитора роста зерен. Вольфрам вводили в сплавы в количествах от 0,1 до 0,8% (по массе). Выплавку проводили в дуговой печи с защитной атмосферой. Полученные слитки ковали при 700—760° С с уковом не менее трех. В этом температурном диапазоне сплавы претерпевают при ковке непрерывную рекристаллизацию, а размер карбидных частиц составляет менее 0,1 мкм. Зависимость величины зерна кованой стали 1010 от содержания вольфрама представлена кривой 1 на

рис. 6: критическая концентрация вольфрама равна 0,17% (ат.). В результате последующей холодной деформации на 50% и отжига при 590° С в течение часа размер зерна уменьшился до 0,5 мкм для сплава с 0,17% (ат.) W (см. рис. 6, кривая 2); при других концентрациях это изменение было меньшим. Во всех сплавах форма и характер распределения карбидных частиц были одинаковыми. Рентгеноструктурный анализ показал, что все выделяющиеся частицы являются карбидами Fe₃C.

Из рис. 6 следует, что в ковеной стали 1010 без добавок вольфрама диаметр зерен составляет более 20 мкм. Холодной деформацией и рекристаллизацией зерно можно измельчить до 5 мкм. При легировании стали вольфрамом в количествах, меньших критической концентрации, размер зерна сплавов уменьшается незначительно; по достижении этой концентрации диаметр зерна ковеного металла становится равным 5 мкм, а после холодной деформации и рекристаллизации 0,5 мкм, т. е. влияние вольфрама на величину зерна стали 1010 аналогично его влиянию на чистое железо (см. рис. 5).

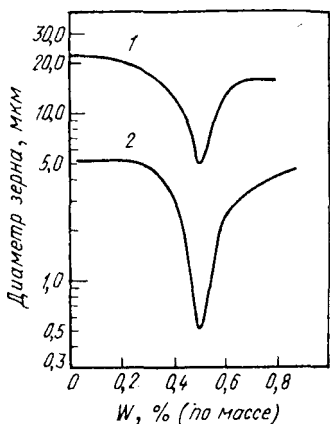


Рис. 6. Влияние содержания вольфрама на величину зерна стали типа 1010:

1 — после ковки при 750° С;
2 — после ковки, холодной деформации и рекристаллизации при 590° С

В сплавах с содержанием 0,17% (ат.) W с повышением содержания углерода объемная доля карбидной фазы возрастает, что обуславливает измельчение зерна феррита (см. рис. 2).

Во всех исследованных сплавах зерно субмикронного порядка стабильно при 590° С ($T_n=0,48$) в течение более чем недели. При более высоких температурах оно может увеличиваться до 10 мкм.

Проведенные исследования показали, что если поддерживать температуру ковки рассматриваемых сплавов относительно постоянной (~700° С), то в сплаве с 0,17% (ат.) W можно измельчить зерно до 1 мкм. Последующей холодной деформацией и рекристаллизацией удается снизить эту величину до 0,3 мкм.

Для оценки эффекта изменения природы ингибитора роста зерен легирование вольфрамом заменяли на легирование ниобием, критическая концентрация которого оказалась равной 0,5% (ат.) для стали 1010, и влияние его на величину зерна стали было аналогично влиянию вольфрама. Используя холодную деформацию и рекристаллизацию, можно получить зерно субмикронного порядка и в сплавах с ниобием.

Диаграмма состав — температура рекристаллизации сплавов Fe—Nb отличается от большинства подобных диаграмм других бинарных систем на основе железа тем, что ниобий продолжает повышать температуру рекристаллизации сплава при легировании им в количествах, превышающих критическую концентрацию [8]. По-

этому для большей стабильности зерна при высоких температурах и повышения температуры превращения в стали 1010 несколько выше 900°С содержание ниобия доводили до 0,6% (ат.). Сплав деформировали при 840—870°С и после такой обработки он имел зерно величиной 0,8—1,0 мкм, причем оно было стабильно вплоть до температуры превращения (на рис. 1 это соответствует температуре, при которой зерно размером 1 мкм в чистом железе удваивается в диаметре менее чем за 1 сек).

Эффективность описанной обработки (ковка+холодная деформация+рекристаллизация) для металлов, имеющих г.ц.к. решетку, подтверждается и результатами, полученными на медном сплаве, содержащем 1,0% (по массе) Сг, 0,075% Тi и 0,1% Nb. Количество хрома в сплаве выше предела растворимости, вследствие чего выделяется вторая фаза. Титан и ниобий введены для повышения температуры рекристаллизации и сдерживания роста зерна. Обработку проводили при 730—790°С, в результате получалось зерно величиной 0,8—1,0 мкм, а частицы второй фазы имели размер <0,1 мкм. Такое зерно устойчиво при температурах 590°С ($T_H=0,64$; см. рис. 1). Интересно отметить, что, когда зерно достигает размера 1 мкм, все двойники отжига исчезают.

Наконец, необходимо отметить, что все рассмотренные сплавы оказались не сверхпластичными, несмотря на то что были чрезвычайно мелкозернистыми. Это произошло потому, что границы зерен были заблокированы выделениями, что и предотвратило скольжение по границам зерен, в значительной мере способствующее проявлению сверхпластичности.

Список литературы

1. Feltham F. Acta Met., 1957, v. 5, p. 97.
2. Hillert M. Acta Met., 1965, v. 13, p. 227.
3. Sherby O. D., Simnad M. T. Trans. ASM Quart., 1961, v. 54, p. 227.
4. Gordon P., Vandermeer R. A. in «Recrystallization Grain Growth and Textures», ASM Metals Park, Ohio, 1966, p. 205.
5. Drolet J. P., Gabbolis A. Acta Met., 1968, v. 16, p. 1387.
6. Smith C. S. Trans. AIME, 1948, v. 175, p. 15.
7. Ashby M. F. a. o. Trans. Met. Soc. AIME, 1969, v. 245, p. 413.
8. Abrahamson E. P. II, Blakeney B. S. Jr. Trans. AIME, 1960, v. 218, p. 1101.
9. Abrahamson E. P. II «The Recrystallization of Iron as a Function of Binary Solute Addition and Time», Report WAL TR 830.3/2, January, 1961.
10. Trans. AIME, 1961, v. 221.
11. Trans. AIME, 1962, v. 224.
12. Leslie W. C. a. o. Trans. AIME, 1961, v. 221, p. 982.
13. Abrahamson E. P. II, Alexander J. A. Trans. ASM, 1963, v. 56, p. 377.

Ф. В. ЛЕНЕЛ

МЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИЕ МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ

Имеются два принципиально различных способа получения металлокерамических сплавов. К одной группе мелкозернистых материалов относятся сплавы, в которых окисная фаза диспергирована в металлической матрице и сдерживает рост зерна. К другой группе относятся сплавы, приготовленные из порошков, которые получены в результате распыления расплавленного металла. Каждая частица порошка в этом случае является миниатюрным слитком с мелкозернистой структурой быстро кристаллизующегося сплава.

Основными технологическими операциями при получении изделий методом порошковой металлургии являются: получение порошков, прессование порошков в брикеты, спекание брикетов. Спеченные брикеты часто подвергают дальнейшей обработке. Для горячедеформированных металлокерамических изделий обычными операциями горячей обработки являются ковка или горячее прессование. На первый взгляд можно ожидать, что размер частиц порошка будет определять размер зерна в готовом металлокерамическом изделии. Такой подход не является правильным по следующим соображениям: контактная поверхность между частицами, которая довольно мала в неспекенном брикете, увеличивается при спекании. Граница между частицами, которая в брикете и в течение ранних стадий спекания является также границей зерна, становится подвижной, когда радиус кривизны в шейке между частицами становится большим. На этой стадии происходит рост зерна и таким образом микроструктура брикета после спекания не связана непосредственно с размером частиц порошка.

Рекристаллизация и рост зерна являются важными процессами при спекании. Пока не пройдет рекристаллизация и рост зерна, изделия порошковой металлургии не будут иметь удовлетворительные свойства. В какой степени будет происходить рост зерна при спекании, зависит от размера частиц порошка и от условий спекания. В работе [1] отмечено, что в спеченных из мелкозернистого вольфрамового порошка брикетах размер зерна был тем больше, чем мельче размер исходного порошка. Установлено [2], что в относительно больших брикетах из крупного порошка железа, спеченных при низких температурах в α -области, размер зерна был лишь несколько больше, чем размер частиц порошка, и возрастал с увеличением размера частиц. Поэтому можно считать (по крайней мере для порошковых материалов из чистых металлов), что невозможно получить спеченные брикеты с очень мелким зерном при использовании тонких порошков.

Этот вывод, относящийся к металлокерамическим продуктам из чистых металлов, не следует переносить на металлокерамические

сплавы. Имеется две группы таких порошковых сплавов, которые нашли промышленное применение благодаря хорошим механическим свойствам, обусловленным их мелкозернистой микроструктурой. В этих сплавах не обязательно наличие сверхмелкого зерна, но оно значительно мельче по сравнению с размером зерна в материалах, полученных обычной плавкой.

Одну группу таких мелкозернистых металлокерамических материалов представляют сплавы, в которых окисная фаза диспергирована в металлической матрице, а другую — сплавы, полученные соединением порошков, приготовленных путем распыления расплавленного металла.

Хорошо известными примерами сплавов с диспергированной окисной фазой являются вольфрам—окись тория, бериллий, дисперсно упрочненные окислами металлокерамические сплавы.

Сплавы W—ThO₂

Технология изготовления вольфрамовых нитей для ламп накаливания хорошо известна [3]. Из очень тонкого вольфрамового порошка готовят брикеты, затем брикеты подвергают предварительному спеканию и окончательному спеканию при температуре, близкой к температуре плавления вольфрама, в результате пропускания электрического тока через брикет. Микроструктура спеченного брикета довольно крупнозернистая. Готовые нити получают тепловой прокаткой брикетов с последующим волочением проволоки. Эти операции начинают при 2000° С. При увеличении степени деформации температуру деформации постепенно понижают, всегда обеспечивая условие $T_{\text{обработки}} < T_{\text{рекрист.}}$. Микроструктура вольфрамовых нитей после волочения на готовый размер имеет волокнистый вид и состоит из сильно вытянутых зерен с очень малым поперечным сечением.

Когда полученную по такой технологии из чистого вольфрамового порошка проволоку нагревают до 2500° С, т. е. до рабочей температуры нитей накала, происходит быстрый рост зерна и получается характерная бамбуковая микроструктура зерен. Отдельные зерна занимают все сечение проволоки и границы зерен располагаются перпендикулярно оси проволоки. Такая микроструктура неустойчива и приводит к быстрому перегоранию нитей накала.

На ранних стадиях изготовления вольфрамовых нитей для ламп накаливания было установлено, что при добавлении к вольфрамовому порошку 1% ThO₂ (или менее) можно получить относительно мелкозернистую

микроструктуру вследствие того, что окись тория сдерживает рост зерна. Такие нити накаливания из сплава $W-ThO_2$ были использованы в тех случаях, где важными требованиями были прочность и сопротивление нитей вибрации. Подобные сплавы используют при изготовлении вольфрамовых электродов для атомно-водородной сварки. Дисперсные частицы окиси тория в вольфраме недостаточно стабильны, так как при высоких температурах окись тория восстанавливается и не препятствует более росту зерна.

Большинство вольфрамовых нитей накаливания в настоящее время изготавливают из вольфрамового порошка с присадкой солей щелочных металлов и кремнезема или глинозема. Эти непровисающие проволоки имеют крупнозернистую микроструктуру, но границы зерен ориентированы параллельно оси нити, а не перпендикулярно, как у бамбуковой структуры чистого вольфрама.

Бериллий

Обычно изделия из бериллия с мелким зерном получают в промышленных масштабах методом порошковой металлургии, так как трудно получить мелкозернистую микроструктуру в бериллии по обычной технологии (деформацией литого материала). Порошок бериллия получают обточкой бериллиевых слитков вакуумной выплавки и механическим истиранием стружки до размера частиц < 75 *мкм*.

Порошок подвергают вакуумному горячему прессованию при $1100^\circ C$. Полученный брикет полностью плотный и имеет размер зерна от 5 до 30 *мкм*. Благодаря произвольной ориентировке зерен и вследствие их относительно малого размера материал имеет удовлетворительные прочностные свойства и некоторую, хотя и низкую, пластичность. Листы или другие изделия можно получать из горячепрессованных брикетов в результате экструзии или горячей прокатки. После экструзии или горячей прокатки материал имеет хорошую пластичность, по крайней мере, в одном направлении, которая обусловлена относительно мелкозернистой микроструктурой и благоприятной ориентировкой зерен, возникающей при горячей обработке.

Стабильность мелкозернистой микроструктуры металлокерамического бериллия объясняется присутствием

окислов бериллия на поверхности частиц порошка, а после горячего прессования брикетов — на границах зерен. Установлено, что можно повысить прочностные свойства горячепрессованного бериллия при использовании тонкого порошка, так как такие более дисперсные порошки имеют более высокое содержание окислов. В настоящее время исследуют возможность получения бериллия с мелкозернистой микроструктурой в результате деформации слитков под действием гидростатического давления и последующего отжига [5].

Дисперсно упрочненные окислами металлокерамические материалы

Рассмотрим материалы, дисперсно упрочненные окислами: сплавы алюминия с дисперсными частицами окислов алюминия (САПы) и сплавы никеля с дисперсными частицами окиси тория (ТД—никель). Сплавы типа САП [6] приготавливают из чешуйчатого алюминиевого порошка. Порошок уплотняют, брикеты подвергают вакуумному прессованию и экструзии. Никакого специального порошка окислов не вводят, а частицы окиси алюминия, диспергированные в алюминиевой матрице, получают в готовых изделиях благодаря наличию естественной окисной пленки на частицах чешуйчатого алюминиевого порошка.

Так как толщина окисной пленки на порошинках постоянна, то содержание окислов в сплаве будет зависеть от размера чешуек, из которых приготовлен сплав. Фракционный состав порошков может изменяться по размеру от значений более 1 до 0,15 *мкм*. Содержание окислов в сплавах может соответственно изменяться от 3 до 15%. Размер окисных частиц в готовых изделиях будет несколько меньше, чем толщина частиц чешуек порошка, из которого приготовлен сплав, а размер зерна в брикетах после экструзии примерно равен расстоянию между окисными частицами, изменяющемуся от 1 до 0,1 *мкм*.

В сплавах типа САП получить крупное зерно трудно. Такую крупнозернистую микроструктуру можно получить холодной прокаткой с большими степенями обжатия и отжигом при температуре, близкой к температуре плавления алюминия, только в тех сплавах, расстояние

между окисными частицами в которых относительно велико. Например, лабораторный сплав, приготовленный из чешуйчатого порошка марки МД-2100 с размером частиц 0,8 мкм и содержащий 3% окислов алюминия, был подвергнут холодной прокатке на 85% и отжигу при 540° С, 2 ч для получения размера зерна в сплаве порядка 1 мм [7]. Невозможно получить крупнозернистую микроструктуру в промышленных сплавах САП, содержащих 6—15% окислов и приготовленных из порошка с меньшей толщиной чешуек.

Микроструктура сплавов типа ТД — никель характеризуется наличием очень дисперсных включений окиси тория в матрице из никеля. Исходным материалом при приготовлении сплава является порошок, полученный соосаждением гидроокиси никеля и гидроокиси тория из водного раствора их солей с последующей дегидратацией (обезвоживанием) гидроокисей и селективным восстановлением окиси никеля до металлического никеля. Полученный таким образом порошок уплотняют, затем брикеты подвергают спеканию и горячему прессованию, а при дальнейшей горячей обработке получают из них требуемые изделия в виде прутков, труб или листа.

Свойства такого типа сплавов, например сплава ТД—Ni—Mo, приведены в работе [8]. Сплав ТД—Ni—Mo (18—21% Mo, 3% ThO₂, 0,3% Zr, 0,05% С, остальное никель) после экструзии имел размер зерна 0,5 мкм, т. е. примерно равный расстоянию между частицами окиси тория. Чтобы прошли рекристаллизация и рост зерна, сплав отжигали при 1205—1315° С. Размер зерна в отожженном сплаве составлял примерно 0,1 мм.

Интересно сравнить свойства дисперсно упрочненных сплавов в двух состояниях: после экструзии и после рекристаллизации и роста зерна. В табл. 1 показано, что предел текучести при комнатной температуре в сплавах типа САП и типа ТД—Ni несколько снижается после отжига, обеспечивающего протекание рекристаллизации и роста зерна. Так как эти сплавы используют при температурах, близких к температуре плавления металла матрицы, их высокотемпературные свойства особенно важны.

Анселл и Виртмен [9] сравнивали характеристики ползучести лабораторного сплава из чешуйчатого по-

Таблица 1

Характеристики прочности при комнатной температуре сплавов типа САП [7] и ТД—Ni—Mo [8] в экструдированном состоянии, а также после рекристаллизации и роста зерен

Сплав	Расстояние между частицами, окислов, мкм	Состояние	$\sigma_B, \text{Мн/м}^2$ (кг/мм ²)	$\delta_{0,2}, \text{Мн/м}^2$ (кг/мм ²)	$\delta, \%$
Экструдированный сплав Al+3% Al ₂ O ₃ из алюминиевого порошка марки МД-2100	0,8	После экструзии	203 (20,3)	137 (13,7)	16,5
		После холодной прокатки с обжатием на 85% и отжига при 540°С, 2 ч	172 (17,2)	110 (11,0)	16,5
ТД—Ni—Mo	0,5	После экструзии	1405— 1545 (140,5— 154,5)	1335— 1475 (133,5— 147,5)	5—10
		После отжига при 1200— 1300°С	1335— 1405 (1335— 140,5)	915— 1020 (91,5— 102,0)	15—25

рошка марки МД-2100 после экструзии и после рекристаллизации и роста зерна.

Скорость установившейся ползучести сплава типа САП из алюминиевого порошка фракции МД-2100, испытанного при 600°С и напряжении 11,2 Мн/м² (1,12 кг/мм²), следующая [9]:

Состояние . . .	После экструзии	После холодной прокатки и отжига
$v_{\text{полз}}, \text{мин}^{-1}$. . .	$2,3 \cdot 10^{-3}$	10^{-8}

Эти данные исследования показывают, что скорость установившейся стадии ползучести рекристаллизованного материала на несколько порядков ниже, чем экструдированного материала.

Сравнение значений предела текучести сплава ТД—Ni—Mo при 760° С в экструдированном и отожженном состояниях дано в табл. 2. Видно, что предел текучести крупнозернистого отожженного материала в несколько раз выше, чем мелкозернистого материала в экструдированном состоянии.

Таблица 2
Механические свойства прутков сплава ТД—Ni—Mo при 760° С [8]

Состояние	σ_b	$\sigma_{0,2}$	$\delta, \%$
	Мн/м ² (кг/мм ²)	Мн/м ² (кг/мм ²)	
После экструзии	140—280 (14—28)	105—245 (10,5—24,5)	60—110
После отжига при 1200—1300° С	560—700 (56—70)	525—665 (52,5—66,5)	2—10

Теория, удовлетворительно объясняющая ползучесть в крупнозернистых дисперсно упрочненных материалах типа САП, была предложена Анселлом [10]. Анселл считает, что контролирующим механизмом деформации на стадии установившейся ползучести в этих материалах является переползание дислокаций через частицы второй фазы. Гипотезы, предложенные для объяснения больших скоростей ползучести экструдированного мелкозернистого материала, достаточно противоречивы. Более высокие скорости ползучести в мелкозернистом материале можно, по-видимому, объяснить тем, что границы зерен действуют как источники дислокаций или же тем, что скольжение по границам зерен в этом случае становится доминирующим механизмом деформации. Хорошо развитой теории для объяснения упрочнения сплавов типа ТД—Ni пока еще не предложено.

Металлокерамические материалы, полученные распылением расплавленного металла

Для получения ряда промышленных металлокерамических сплавов используют порошки, приготовленные путем распыления. Распылением называется процесс получения порошков, при котором расплавленный металл распыляется в частицы либо движущимся с боль-

шой скоростью потоком газа или жидкости, либо механическим способом. Распылением можно получать порошки как однофазных, так и многофазных сплавов.

Некоторые промышленные магниевые сплавы получают экструзией порошков, приготовленных в результате распыления однофазного сплава [11]. Такие металлокерамические сплавы имеют определенные преимущества перед сплавами, полученными обычной плавкой. Основным их преимуществом является мелкозернистость. Установлено [12], что размер зерна в экструдированных брикетах зависит от величины градиента концентрации в ядре дендритной структуры исходного материала. Дендритная структура слитков при обычной плавке зависит от их размера, и обычно трудно получить слабо развитую дендритную структуру после горячего прессования в заготовках большого размера. С другой стороны, в магниевых порошках, полученных распылением, каждая частица порошка является ядром дендритного кристалла с очень высоким градиентом концентрации. В процессе, развитом фирмой «Dow Chemical Company», используются частицы порошка или гранулы со средним размером частиц равным 350 мкм. После экструзии размер зерна в брикетах равен примерно 5 мкм, т. е. значительно мельче, чем в материале обычной выплавки.

Из-за наличия анизотропии предела текучести в магниевых сплавах очень важно иметь в них мелкозернистую микроструктуру. Если в крупнозернистых магниевых сплавах предел текучести при испытаниях на сжатие значительно выше, чем при испытаниях на растяжение, то в мелкозернистом металлокерамическом сплаве они равны. Указанная фирма использует процесс экструзии гранул главным образом для металлокерамического сплава ZK-60, содержащего 6% Zn и 0,6% Zr [13].

Процесс распыления можно использовать для получения дисперсно упрочненных сплавов из основных металлов. В этих сплавах дисперсными фазами являются не окислы, а металлы или интерметаллические соединения с очень низкой растворимостью в металле матрицы даже при температурах, близких к температуре плавления металла, но, по крайней мере, с ограниченной растворимостью в жидком матричном металле. Распыление расплавленного сплава производят при температуре, обеспечивающей растворение легирующих элементов

в твердом растворе. В течение быстрого охлаждения капель распыленного сплава до комнатной температуры происходит выделение легирующих компонентов в виде дисперсных частиц в матрице основного металла.

Обычно порошок, полученный распылением, уплотняется в брикеты горячей деформацией, например экструзией. Благодаря очень ограниченной растворимости дисперсные частицы металла или интерметаллического соединения не коагулируют или коагулируют очень слабо в течение горячей обработки и последующей эксплуатации изделий при высоких температурах. Примерами таких сплавов могут служить алюминиевые сплавы с дисперсными частицами интерметаллических соединений FeAl_3 и FeNiAl_9 [14], сплавы свинца с дисперсными частицами меди [15] и некоторые цинковые сплавы, которые обычно используют в тех случаях, когда требуется повышенная прочность при температурах эксплуатации, близких к температуре плавления сплава. Как правило, такие сплавы мелкозернисты, но зависимость их свойств от размера зерна изучена очень слабо вследствие того, что основное внимание при исследовании этих сплавов уделяли зависимости прочности при повышенных температурах от размера дисперсных частиц.

Дисперсно упрочненные цинковые сплавы

В ряде исследований была изучена зависимость длительной прочности дисперсно упрочненных цинковых сплавов от размера зерна, и поэтому эти сплавы можно рассматривать как пример поведения мелкозернистых металлокерамических сплавов. Полученные распылением порошки цинка либо цинковых сплавов прессуют в брикеты, а затем подвергают горячей деформации, например экструзии. После экструзии микроструктура этих сплавов характеризуется наличием дисперсных частиц окиси цинка в цинковой матрице.

После распыления сплавов Zn—Ti—Cu или Zn—Ti—Ni и получения брикетов из распыленных порошков в микроструктуре сплава содержатся дисперсные частицы интерметаллического соединения ZnTi . Как и в случае дисперсно упрочненных окислами алюминиевых и никелевых сплавов, интересно исследовать низко- и высокотемпературные механические свойства дисперсно

упрочненных цинковых сплавов. Из-за низкой температуры плавления цинка испытания при комнатной температуре ($0,42 T_{пл}$) следует рассматривать как испытания при повышенных температурах. Тромэнс и Лунд [16] провели измерения низкотемпературных механических свойств брикетов из нелегированного цинка в двух состояниях: после экструзии и после отжига. Испытания проводили при -100°C , т. е. при гомологической температуре, равной $0,25 T_{пл}$. Удалось показать совместное влияние размера зерна и дисперсных окисных частиц в этих сплавах путем определения зависимости предела текучести от «расстояния между барьерами на плоскости». Это расстояние измеряли делением длины произвольно проведенной на фотографии микроструктуры линии на общее число частиц и границ зерен, пересекаемых этой линией. Зависимость предела текучести от обратной величины корня квадратного из «расстояния между барьерами на плоскости» удовлетворительно выражается кривой Петча [17], тогда как обычная зависимость Петча *предел текучести — обратная величина корня квадратного из величины зерна* несправедлива (нельзя провести прямую линию через экспериментальные точки).

Для характеристики прочностных свойств экструдированных брикетов из порошка нелегированного цинка при повышенных температурах испытаний можно рассмотреть данные измерения скорости установившейся ползучести при 25°C и напряжении 56 Мн/м^2 ($5,6 \text{ кг/мм}^2$) [18]. Образцы металллокерамического сплава с размером зерна, равным 5 мкм , показали очень высокую скорость ползучести — 20% за сутки. При сравнении данных испытаний на ползучесть горячедеформированного металллокерамического сплава и крупнозернистого сплава, полученного обычной плавкой, было показано, что в обоих случаях скорость ползучести обратно пропорциональна размеру зерна. Наличие дисперсных частиц окислов в экструдированном металллокерамическом сплаве, полученном из порошка нелегированного цинка, не оказало заметного влияния на скорость ползучести сплава. В данном случае преобладающим фактором усиления ползучести мелкозернистого порошкового сплава является хорошо известное влияние большой площади границ зерен.

Совершенно противоположное влияние на ползучесть оказывают дисперсные частицы интерметаллического соединения $Zn-Ti$ в сплавах $Zn-Ti-Cu$ [19] и $Zn-Ti-Ni$ [20], полученных горячим прессованием распыленных порошков. Сплав с 0,16% Ti и 1,2% Ni с размером зерна 1 μm , испытанный на ползучесть при 100° С и напряжении 42 Mn/m^2 (4,2 kG/mm^2), имел очень низкую скорость ползучести (<0,2% в год). Райзброх и Лунд [20] считают, что имеется существенное различие во влиянии на скорость ползучести дисперсных частиц окислов цинка и дисперсных частиц интерметаллического соединения $Zn-Ti$. Окисные частицы не препятствовали скольжению по границам зерен и миграции, тогда как наличие частиц интерметаллического соединения обеспечивало высокое сопротивление ползучести сплавов.

Можно надеяться, что это обсуждение показало важность использования порошковой металлургии для получения в промышленных масштабах изделий с контролируемым малым размером зерна, а также необходимость изучения свойств металлокерамических сплавов для лучшего понимания взаимосвязи механических свойств с размером зерна.

Список литературы

1. Smithells C. J. a. o. J. Inst. Met., 1927, v. 38, p. 85.
2. Libsch J. a. o. Powder Metallurgy, ed. by J. Wulff, Am. Soc. for Metals, 1942, p. 379.
3. Smithells C. J. Tungsten, London, 1952.
4. Beaver W. W., Larson H. F. Powder Metallurgy, ed. by Leszynski W., Interscience, 1961, p. 747.
5. Inoue N., Conrad H. Trans. ASM Quart., 1968, v. 61, p. 847.
6. Bloch E. A. Dispersion Strengthened Aluminum Alloys, 1961, v. 6, p. 193.
7. Dromsky J. A., Lenel F. V. Trans. Met. Soc. AIME, 1964, v. 230, p. 1289.
8. Arnold D. B., Klingler L. J. Jr. Oxide Dispersion Strengthening, ed. by G. S. Ansell, T. D. Cooper, F. V. Lenel, Gordon and Breach, 1968, p. 611.
9. Ansell G. S., Weertman J. Trans. Met. Soc. AIME, 1959, v. 215, p. 838.
10. Ansell G. S. Oxide Dispersion Strengthening, ed. by G. S. Ansell, T. D. Cooper, F. V. Lenel, Gordon and Breach, 1968, p. 61.
11. Busk R. S., Leontis T. E. Trans. AIME, 1950, v. 188, p. 297.
12. Doan J. P., Ansell G. Trans. AIME, 1947, v. 171, p. 286.
13. Busk R. S. Light Metals, 1960, v. 23, p. 197.
14. Towner R. J. Metal Progress, 1958, v. 73, p. 70.
15. Lenell F. V. Powder Metallurgy, 1962, v. 10, p. 119.

16. Tromans D., Lund J. A. Trans. ASM Quart., 1966, v. 59, p. 672.
17. Petch N. J. a. o. Phil. Mag., 1962, v. 7, p. 45.
18. Lenel F. V. Progress in Powder Metallurgy, 1961, v. 17, p. 108.
19. Lenel F. V., Barton C. J. Int. J. Powder Metallurgy, 1965, v. 1, p. 3.
20. Risebrough N. R., Lund J. A. Trans. ASM Quart., 1968, v. 61, p. 722.

УДК 669.150.26 : 536.42

ДИДЬЕ де ФОНТЕЙН

ПОЛУЧЕНИЕ МЕЛКИХ КОГЕРЕНТНЫХ ВЫДЕЛЕНИЙ ПО МЕХАНИЗМУ СПИНОДАЛЬНОГО РАСПАДА

Со времени опубликования Каном первых статей (1958 г.) по спинодальному распаду значительно возрос интерес к изучению этого явления в теоретическом и в экспериментальном отношении. Каном [3], а затем Хиллардом [4] написаны фундаментальные обзоры по спинодальному распаду. Так как в настоящее время теоретические аспекты этого явления изучены достаточно хорошо и имеются определенные экспериментальные подтверждения теории, то возникает вопрос, как использовать спинодальную структуру для получения желаемых свойств? Неизвестно, существует ли связь микроструктуры со свойствами? На современной стадии исследования на этот вопрос ответить однозначно невозможно, поэтому в будущем следует продолжить исследование спинодального распада.

Чтобы попытаться найти корреляцию механических свойств со спинодальной структурой, исследователь должен ясно представлять, что является характерным признаком спинодального распада. В данной работе привлечено внимание к важной и не всегда правильно понимаемой проблеме критериев спинодального распада. Для лучшего понимания принципов распада твердых растворов будут приведены самые необходимые формулы, рассмотрены морфологии различных когерентных выделений и даны оценки некоторых критериев спинодального распада.

Определение спинодального распада

Как отмечает Кан [3], концепция спинодального распада так же стара, как и теория зародышеобразования, причем определение этим двум явлениям дано Гиббсом в 1877 г. [5]. Гиббс сохранил термин «предел метастабильности» для спинодального распада в жидкостях, современная терминология которого дана Ван-дер-Ваальсом. Термодинамическим определением спинодального распада в жидкостях (или «химического спинодального распада» в твердых

телах) является геометрическое место точек исчезновения второй производной свободной энергии Гельмгольца $f(c)$ в отношении состава c (атомная фракция второй компоненты бинарного раствора):

$$d^2f/dc^2 = 0.$$

Верхний график на рис. 1 [4] представляет типичную кривую изменения свободной энергии Гельмгольца в отношении состава рас-

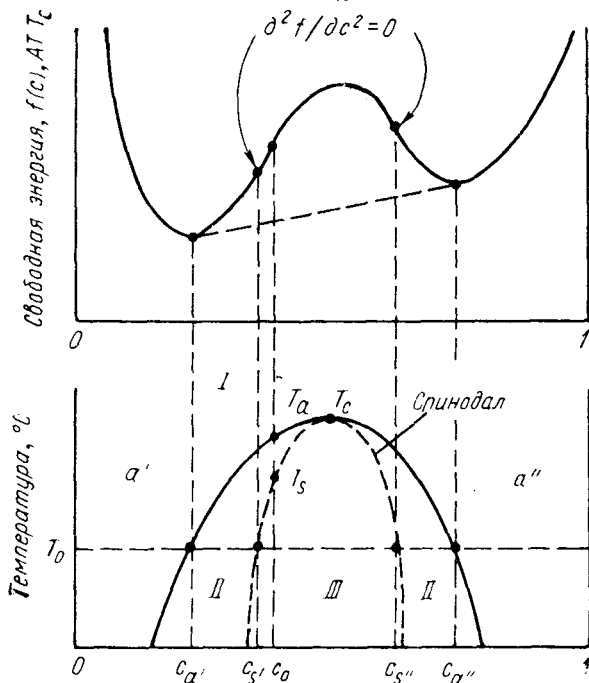


Рис. 1. Кривая изменения свободной энергии Гельмгольца (верхний график) и кривые разрыва смешиваемости (сплошная кривая) и спиноподального распада (пунктирная кривая на нижнем графике)

слаивающейся системы при определенной температуре T . Области I , II и III находятся вне разрыва смешиваемости, между областью разрыва смешиваемости и спиноподальным распадом и внутри спиноподального распада соответственно [4]. Две точки перегиба на этой кривой определяют положение спиноподальных составов (c_s' и c_s'') а равновесные составы $c_{\alpha'}$ и $c_{\alpha''}$ (стабильные или метастабильные) определяют обычно по правилу касательных. При изменении температуры область спиноподального распада (геометрическое место точек c_s' и c_s'' на пунктирной кривой) и область разрыва смешиваемос-

т) (геометрическое место точек $c_{\alpha}, c_{\alpha'}$ на сплошной кривой) определяя, как показано на нижнем графике рис. 1.

В кристаллических твердых телах напряжения, обусловленные когерентностью, стремятся стабилизировать раствор и, как показано Каном [1, 2], линия спинодального распада исчезает; истинный или «когерентный» спинодальный распад, определяющий предел метастабильности в упруго изотропных твердых телах, дается уравнением

$$\frac{d^2f}{dc^2} + 2\eta^2 Y = 0, \quad (1)$$

где η — относительное изменение параметра решетки a с изменением состава

$$\eta = \frac{1}{a} \cdot \frac{da}{dc};$$

Y равно:

$$Y = E/(1 - \nu), \quad (2)$$

где E — модуль Юнга;
 ν — коэффициент Пуассона.

При обсуждении морфологии спинодального распада в анизотропных кристаллах будет показано, что величину Y в уравнении (2) необходимо заменить ориентационно зависимой функцией упругих постоянных материала. Кроме того, концентрационные волны¹ в различных кристаллографических направлениях будут приводить к повышению Y до различных значений, так что кривая когерентного спинодального распада не будет больше единственной. Тем не менее, сохраним уравнение (1) как определение спинодального распада, четко представляя, что в этом уравнении следует использовать минимальное значение параметра Y . В действительности это соответствует верхнему участку кривой спинодального распада на фазовой диаграмме.

Теперь можно дать определение спинодального распада. Любое контролируемое непосредственно диффузией гомогенное фазовое расщепление раствора, средняя концентрация и температура которого сохраняются в пределах области когерентного спинодала, называется спинодальным распадом. Необходимо отметить, что поскольку исходная кинетическая теория Кана применима только к ранним стадиям превращения, то данное определение применимо строго к началу фазового разделения, а не к последующим реакциям округления, которые, возможно, затем будут происходить. Очевидно, что это определение не относится к превращениям, которые сопровождаются нарушением непрерывности в кристаллической структуре, как например в процессах, требующих наличия гетерогенных катализаторов на начальных стадиях или возникновения дислокационных поверхностей раздела либо изменения самой кристаллической решетки выделяющихся в результате превращения фаз.

Действительно, необходимо отметить, что определение спинодального распада одновременно является и кинетическим: «ранние

¹ Имеется в виду периодическое изменение состава.

стадии распада внутри соответствующего спинодала». Однако такое определение не является ни точным, ни полезным. О каких ранних или поздних стадиях мы должны говорить? Что в действительности происходит внутри спинодала? Какой спинодал является подходящим и где он расположен на фазовой диаграмме? На некоторые из этих вопросов будет дан ответ в следующих разделах, и чтобы сделать это, рассмотрим физический смысл спинодала, определенного как предел метастабильности. Эту концепцию можно обсудить, не прибегая к кинетическим факторам, т. е. без использования уравнения диффузии.

Стабильность системы в отношении расслоения

Стабильность системы следует рассматривать как относительную характеристику, так как система может быть стабильна по отношению к определенным типам возмущений и нестабильна или метастабильна в отношении других. Эта точка зрения была выска-

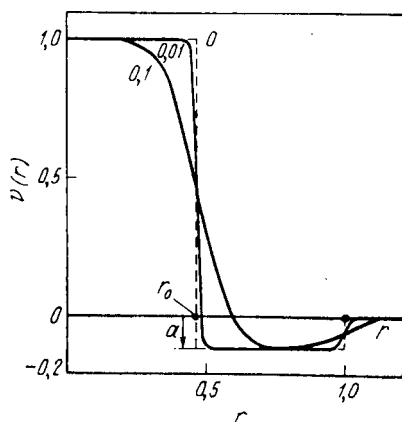


Рис. 2. Профили изменения состава в зонах со сферической симметрией для различных значений параметра σ , характеризующего диффузионную способность для поверхности раздела

зана Каном [3] и проиллюстрирована им путем использования аналогии с механикой. Чтобы определить стабильность твердого раствора, необходимо выбрать основной тип действительного (или изучаемого) возмущения — в данном случае химическую неоднородность состава в совершенно гомогенном твердом растворе.

Для простоты рассмотрим локальное изменение состава со сферической симметрией или «зону» в упруго изотропной системе. На рис. 2 приведены три различные характеристики диффузионной способности для поверхности раздела. Профиль приведен к единичному изменению состава:

$$v(r) = c(r) - c_0 \quad (3)$$

при начальном условии $v(0) = 1$, где r — радиальная координата, c_0 — средний состав. Радиус внешней зоны также приведен к единице. Промежуточный радиус r_0 выбран таким образом, чтобы средний состав системы оставался постоянным. Параметр α , определяющий

глубину зоны обедненного конуса, находится по правилу касательных для кривой когерентной свободной энергии, представляющей функцию

$$f_c(c) = f(c) + \eta^2 Y c (1 - c). \quad (4)$$

Действительно, было показано [7], что в упруго изотропных системах равновесные концентрации $c_{\alpha'}$ и $c_{\alpha''}$ выделяющихся когерентных фаз контролируются так называемой когерентной смешиваемостью, как это следует из уравнения (4).

Используем теперь выражение для свободной энергии F объема V бинарного раствора, содержащего когерентные неоднородности состава:

$$F = \int_V [f_c(c) + k(\nabla c)^2] dV, \quad (5)$$

в котором свободная энергия Гельмгольца $f(c)$, фигурирующая первоначально в уравнении Кана и Хилларда [8], заменена когерентной свободной энергией $f_c = f(c)$ в уравнении (4). Второй член подынтегральной функции — градиент свободной энергии — учитывает межфазную энергию начальных границ. Для упрощения будем считать, что коэффициент градиента энергии K не зависит от состава. Методы оценки этого и других параметров даны в обзоре Хилларда [4].

Если теперь предположить, что изменение состава в уравнении (3) дается профилем, приведенным на рис. 2, в, и $\sigma = 0,1$ для зоны с промежуточным радиусом R и промежуточной амплитудой A при условии

$$v(0) = A$$

и затем сравнить полученное таким образом значение F с соответствующим значением F_0 для однородного (с нулевым градиентом) раствора идентичного среднего состава, то получим [6]:

$$\Delta F = F - F_0 = 2\pi R^3 \left[(a_2 f_0'' + 2Ka'/R) A^2 + a_3 f_0''' A^3 + a_4 f_0'''' A^4 + \dots \right], \quad (6)$$

в котором римскими цифрами показано различие составляющих по отношению к c ; индексы указывают, что производные оценены при $c = c_0$; a_i и a' — коэффициенты, величина которых зависит от формы профиля зоны.

На рис. 3 показаны кривые зависимости ΔF от A при постоянном значении R для твердых растворов с температурой T и средним составом c_0 в трех различных областях когерентной фазовой диаграммы. Область I находится вне разрыва смешиваемости; область II — внутри разрыва смешиваемости, но вне спинодала; область III — внутри спинодала (см. рис. 1). При достаточно больших значениях R получим ожидаемый результат — минимум на кривых ΔF в областях II и III при экстремальных составах зон, соответствующих границам равновесных когерентных фаз ($A \approx 1$), тогда как наличие минимума на ΔF -кривых, соответствующих области I , невозможно.

Имеются значительные различия в характере изменения кривых II и III по сравнению с кривой I при увеличении амплитуды A . Если на кривой I имеется подъем с увеличением A , то на кривой III, наоборот, происходит снижение ΔF ($\Delta F < 0$) до тех пор, пока не будет достигнут минимум ($A=1$). В области II конечное локальное изменение состава (или критическая амплитуда) будет достигнуто раньше, чем неоднородность состава приведет к понижению свободной энергии системы (т. е. требуется активация процесса).

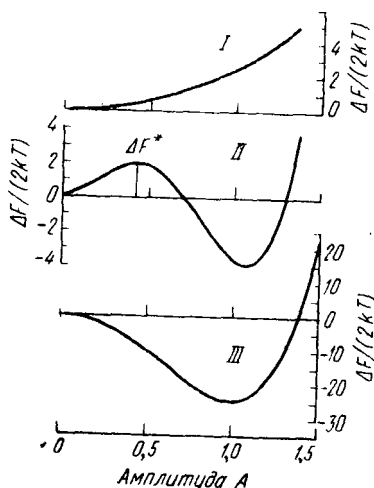


Рис. 3. Изменение свободной энергии твердого раствора, содержащего зону, подобную изображенной на рис. 2, в зависимости от амплитуды концентрации A

Это означает, что области II и III различаются знаком второй производной f''_0 свободной энергии Гельмгольца, так как, согласно уравнению (6), в предельном случае (т. е. для неопределенно большого радиуса) этот знак определяет поведение ΔF -кривой при малых значениях амплитуды A . Области, не требующие и требующие энергии активации, разделены пределом

$$d^2f/dc^2 = 0,$$

т. е. спинодалом. В этом и заключается физический смысл спинодала: он разделяет процессы, требующие энергии активации, от процессов, для которых она не требуется.

При переменном значении радиуса зоны R получим семейство последовательных кривых, подобных кривым на рис. 3. На рис. 4 и 5 приведены пространственные изображения поверхностей свободной энергии зоны $F(A, R)$ в областях II и III соответственно. Обозначим R_m значение R , при котором исчезает плато на поверхности, описывающей свободную энергию, и R_k — значение R , соответствующее наименьшей высоте гребня, разделяющего плато от оси $A=0$ в области II, и наименьшему значению R , при котором ΔF^* становится равным нулю в области III. Значения R_m и R_k обычно не совпадают, как показано на рис. 6, на котором проиллюстрирована зависимость этих характеристических радиусов (радиус внутренней

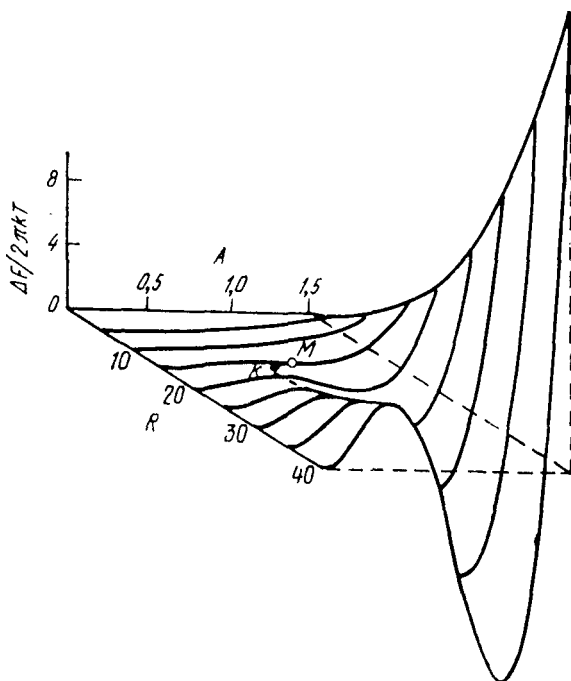


Рис. 4. Поверхность свободной энергии как функция амплитуды зоны и радиуса в области II фазовой диаграммы:

M — конец плато; K — наименьшая точка на гребне [6]

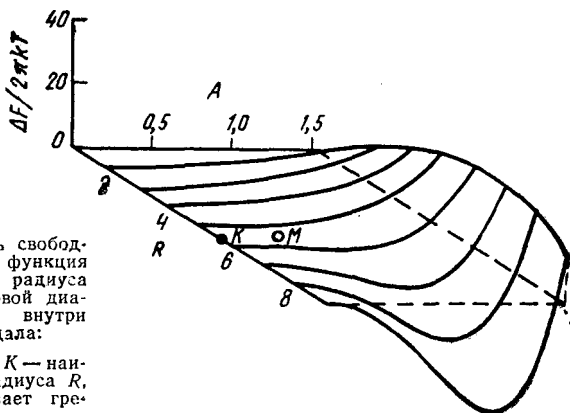


Рис. 5. Поверхность свободной энергии как функция амплитуды зоны и радиуса в области III фазовой диаграммы, лежащей внутри когерентного спинодала:

M — конец плато; K — наименьшее значение радиуса R , при котором исчезает гребень [8]

зоны, соответствующий r_0 на рис. 2, разделен на параметр решетки a) от температуры T для систем идентичного среднего состава. Значения R_K , определенные по указанной ранее методике, обеспечивающей аппроксимацию истинного критического радиуса, определение которого дано Каном и Хиллардом [9], и отрезок кривой R_K между T_α и T_s на рис. 6 качественно подобен конфигурации, приводимой в работе [9]. С другой стороны, значение R_K ниже спинодала можно связать с длиной критической волны для спиноподального распада, как показано Каном [3] и будет обсуждено в следующих разделах. Действительно, кривая изменения R_K , расположенная справа от T_s , подобна кривой зависимости длины волны от температуры [3].

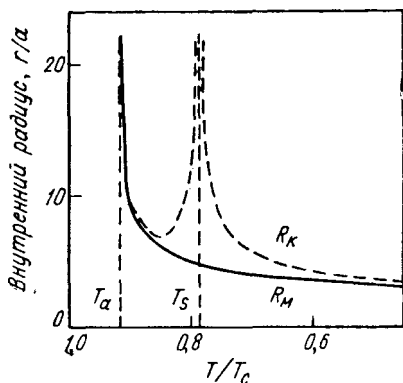


Рис. 6. Зависимости минимального радиуса R_M (сплошная кривая) и критического радиуса R_K (пунктирная кривая) от абсолютной температуры T :

T_C — критическая температура; T_α — температура разрыва смешиваемости; T_s — температура спиноподального распада

Кривые для R_K и R_M совпадают при двух крайних пределах: один, близкий к T_α , соответствует системе с очень малым пересыщением или переохлаждением, а другой — системе, полностью лежащей внутри области разрыва смешиваемости. Для этих двух экстремальных случаев мы имеем довольно надежные и согласующиеся теории зародышеобразования и роста и спиноподального распада соответственно. Ближе к спиноподалу, где R_K и R_M резко расходятся, находится область «вне теорий» [4] или неклассическая область [6], которая теоретически еще не объяснена. В двух «классических» областях фазовой диаграммы начальные размеры (радиус и длина волны) выделения будут даны приблизительно ординатами квазисовпадающих кривых, аналогичных кривым, приведенным на рис. 6. В неклассической области, однако, размер продуктов распада можно отсчитывать от R_K или от R_M -кривых, причем R_K -кривая предсказывает очень грубую морфологию, а R_M -кривая — относительно тонкую. Эти кривые важно проанализировать с точки зрения получения тонкодисперсной структуры. Для получения таких структур необходимо избегать спиноподального распада. Считают [6], что исходная морфология выделения регулируется в большей степени минимальным радиусом (R_M), чем критическим радиусом (R_K), но экспериментальные доказательства этого предположения отсутствуют. Это, возможно, обусловлено тем, что, по-видимому, неклассическая область в действительности уже, чем она показана на рис. 6 (вслед-

ствии приближенности расчетов), и экспериментально очень трудно быстро достичь необходимой температуры и поддерживать ее в диапазоне нескольких градусов, соответствующих температуре спинодальной. Морфология выделений будет рассмотрена позднее.

Принятое в данной работе модельное приближение сделано на основе первоначальной обработки Хиллerta для одномерных неоднородностей состава в бинарных системах [10], которая привела в дальнейшем к обобщениям в работах Кана и Хилларда [8, 9].

При исследовании стабильности раствора в отношении главного типа возмущения — неоднородностей состава со сферической симметрией — можно таким образом изучать процесс расслоения в системе хотя и приближенно, но достаточно унифицированным методом, как, например, для R_K -кривой на рис. 6 или для подобных кривых, которые согласуются с теорией зародышеобразования [9], а также с теорией спинодального распада [3]. Эта точка зрения будет более подробно рассмотрена в следующем разделе, касающемся кинетики расслоения, где будет показано, что зародышеобразование и рост, с одной стороны, и спинодальный распад, с другой, представляют два аспекта одного и того же явления и не базируются на конкурирующих механизмах, один из которых (зародышеобразование и рост) хорошо изучен, а другой (спинодальный распад) считается еще очень спорным.

Уравнение диффузии

Если нас интересуют только строго диффузионно контролируемые процессы, то можно в этом случае вывести общее уравнение диффузии, которое будет в принципе управлять кинетикой превращений на всех участках фазовой диаграммы в течение времени t . Вывод этого приемлемого «основного» уравнения дается ниже.

В общем уравнение диффузии выражает закон непрерывности в дифференциальном виде: скорость накопления материала в малом объеме dV должна быть равна потоку-нетто в элементарном объеме плюс продукция источников (или стоков) в объеме dV . В данном случае скорость изменения концентрации B -атомов равна уходу потока B -атомов плюс поступление B -атомов.

Выведем формулу для потока:

$$\text{поток} = \text{подвижность} \times \text{движущая сила},$$

где для консервативных полей имеем:

$$\text{движущая сила} = \text{градиент потенциала}.$$

Таким образом, мы только используем основные результаты и предпосылки механики сплошной среды и затем должны применить эти результаты к рассматриваемой проблеме нахождения приемлемой формы потенциала.

Начальной точкой для этого вывода является уравнение свободной энергии Кана и Хилларда [уравнение (5)], которое можно использовать при условии сохранения среднего состава:

$$\int_V (c - c_0) dV = 0. \quad (7)$$

Согласно Хилларду, напомним уравнения (5) и (7) в следующем виде:

$$F = \int_V P(x; c; \nabla c) dV$$

и

$$\int_V Q(x; c; \nabla c) dV = 0.$$

В этих уравнениях через x обозначен параметр положения. Корректная концентрационная функция $c(x)$ обеспечивает минимум функционала свободной энергии F , т. е. удовлетворяет условию (7), для которого справедливо уравнение Эйлера:

$$\frac{\partial U}{\partial c} - \nabla \frac{\partial U}{\partial \nabla c} = 0 \quad (8)$$

при

$$U = P - \Phi Q = f(c) + K(\nabla c)^2 - \Phi(c - c_0),$$

где Φ — множитель Лагранжа. Подставив в уравнение (8) выражение $U(x, c, \Delta c)$, получим

$$\Phi(c) = \frac{df}{dc} - 2K\nabla^2 c. \quad (9)$$

Сравнивая с классическим случаем, можно показать [4], что значение Φ , данное в уравнении (9), является требуемой функцией потенциала.

При соответствующих заменах в уравнениях, записанных выше в словесной форме, получим требуемое диффузионное уравнение:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \nabla M \nabla \Phi(c) + s, \quad (10)$$

где s — член, обусловленный действием источников. Подвижность атомов M (положительная) дается уравнением:

$$M = [c(1-c)/N_v k_B T] [D_A^* c + D_B^* (1-c)],$$

в котором N_v — число атомов в единице объема; D_A^* и D_B^* — коэффициенты диффузии атомов A и B соответственно; $k_B T$ имеет обычное значение. Если известны параметры, определяющие функцию свободной энергии, а также значения коэффициента градиента энергии K и подвижности M и можно оценить члены источника, тогда для данного начального состава $c(x, 0)$ во всех точках за время 0 все последующие значения $c(x, t)$ за любое более позднее время t можно получить из решения диффузионного уравнения (10). Этот подход справедлив для систем жидкостей или для изотропных твердых растворов при условии, что функция $f(c)$ в уравнении (9) будет заменена функцией когерентной свободной энергии $f_c(c)$ уравнения (4). Для упруго анизотропных систем к потенциалу $\Phi(c)$ необходимо прибавить член ориентационно зависимой упругой энергии, но это лучше сделать в Фурье-пространстве (методика расчета будет описана дальше).

Уравнение (10) является нелинейным дифференциальным с частными производными параболического типа. Если свободная энергия $f(c)$ включает члены с четвертой степенью концентрации c , как это сделано в уравнении (6), то его первая производная имеет вид:

$$\frac{df}{dc} = f_0^I + f_0^{II} (c - c_0) + \frac{1}{2} f_0^{III} (c - c_0)^2 + \frac{1}{6} f_0^{IV} (c - c_0)^3 \quad (11)$$

и конечное уравнение диффузии будет кубическим по отношению к концентрации c^* и, следовательно, уравнение (10) в этом случае имеет решение. Если такое решение уравнения диффузии является строгим, то можно получить ответ на любые вопросы, касающиеся кинетики изменения гомогенности при когерентном расслоении внутри, а также вне спинодала и в области когерентного разрыва смешиваемости. К сожалению, уравнение (10), вывод которого сделан Каном [1], связано с процессом спинодального распада, тогда как концепция спинодала не требует вывода какого-то уравнения или предположения относительно места разрыва смешиваемости. Единственным допущением при этом является то, что кристалл можно рассматривать как упругий континуум. Это означает, что только те изменения состава, которые происходят на расстояниях, превышающих межатомные, будут строго соответствовать данной теории, ограниченной таким образом процессами когерентного расслоения. На современном этапе развития теории [12] дискретная природа кристаллической решетки может быть строго учтена, что позволяет производить аналитическую обработку ранних стадий непрерывного упорядочения в бинарных твердых растворах с кубической симметрией.

Имея основное уравнение (10), можно лишь качественно обсудить его ожидаемые решения. Определенные варианты такого решения методом возмущений обсуждались Каном [13]. В особых случаях были получены точные решения уравнения для одно- или двумерных изменений состава итерационным методом. Чтобы понять

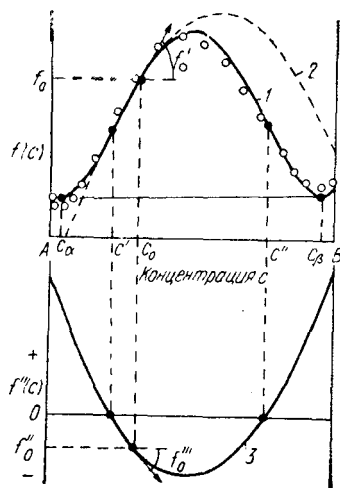


Рис. 7. Концентрационная кривая (светлые кружки) свободной энергии Гельмгольца:

1 — приближение к полиному четвертой степени; 2 — параболическое приближение к f_c для точки $c = c_0$; 3 — вторая производная (черные кружки) соответствуют спинодальным составам c' и c'')

* При условии, что подвижность M не зависит от изменения химического состава.

применимость уравнения (10) к расслаивающимся системам, обратимся к функции свободной энергии Гельмгольца. Гипотетические «экспериментальные точки» такой функции $f(c)$ показаны светлыми кружками в верхней части рис. 7. Полная кривая является полиномом четвертой степени, полученным при обработке этих точек методом наименьших квадратов. Очевидно, что экспериментальная кривая $f(c)$ хорошо аппроксимируется этой функцией, являющейся достаточно простым аналитическим выражением для характеристик, требующих знания кривой свободной энергии расслаивающейся системы внутри метастабильной области. В частности, к полиному применимо правило касательных, и спиноподобные составы можно определить в результате решения квадратичного уравнения $f''(c)=0$. Его графическое решение приведено в нижней части рис. 7, где $f''(c)$ является второй производной, которая приближенно является параболической функцией состава. Графические построения, необходимые для получения производных полинома, также показаны на рис. 7. Следует отметить, что приближения со степенями >4 не соответствуют требуемым характеристикам. В частности, параболическое приближение к $f(c)$, изображенное пунктирной линией на верхнем графике рис. 7, не имеет общей касательной и спиноподобных точек.

После введения информации о приближенной кривой свободной энергии в уравнение диффузии посредством параметров f_0^{II} , f_0^{III} и f_0^{II} математическая модель «дает представление» о профиле фазовой диаграммы. В этом случае решение уравнения диффузии строго соответствует фазовой диаграмме и не требует дополнительных допущений. Примеры таких хорошо согласующихся решений показаны на рис. 8—10 и получены в результате одномерного моделирования с помощью ЭВМ [14] спиноподобного распада твердых растворов Al—Zn в процессе изотермического старения при 100°С. Исходное

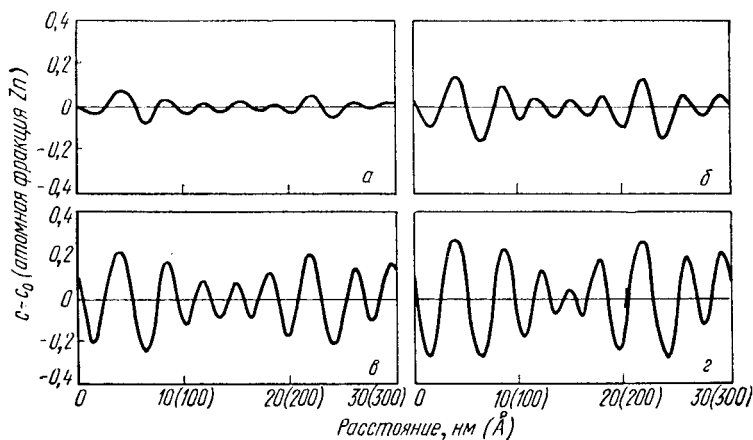


Рис. 8. Расчетные профили составов сплава Al+37,5% (ат) Zn, состаренного при 100°С «внутри компьютера» (центр когерентного разрыва смешиваемости). Продолжительность старения, сек:
а — 500; б — 700; в — 900; г — 1400

изменение состава $c(x, 0)$ считают малой флуктуацией и оно не показано на этих рисунках. Необходимые термодинамические параметры были взяты из расчетов Рундмена и Хилларда для системы Al—Zn [14].

На каждом из приведенных рисунков показаны профили состава как функция расстояния при соответствующей продолжительности

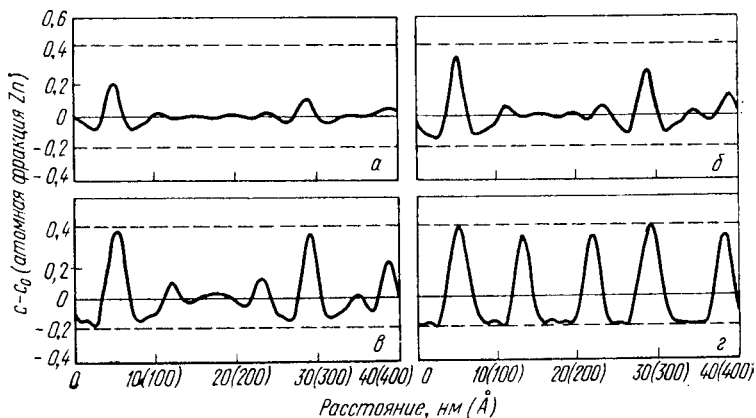


Рис. 9. Расчетные профили составов для сплава Al+22,5% (ат) Zn, состаренного при 100° С «внутри компьютера» (центр когерентного разрыва смешиваемости). Отмечено появление зон Гинье. Продолжительность старения, сек:

а — 600; б — 800; в — 1000; г — 2000

ти старения. Горизонтальными сплошными линиями указан средний состав c_0 , а пунктирными линиями — равновесные составы (когерентные). Профили состава для сплава с 37,5% (ат.) Zn (т.е. для величины c_0 , близкой к центру разрыва смешиваемости) показаны на рис. 8 и имеют квазисинусоидальную форму с ограниченной амплитудой. На рис. 9, 10 приведен сплав с 22,5% (ат.) Zn со значением c_0 вблизи спиnodального состава при 100° С. Отличительной особенностью этих профилей является вид зон Гинье—Престона на ранних стадиях старения, характеризующийся наличием обогащенных цинком предвыделений вблизи обедненных зон, обогащенных алюминием. Эти данные, подтверждающие качественные аргументы Бонфиглиоли и Гинье [15], являются прямым следствием асимметричного местоположения c_0 в отношении границ области разрыва смешиваемости. Как показано Каном [13], эффект, связанный с применением правила рычага, обусловлен конечным значением третьей производной f_0''' в уравнении диффузии. Для этого состава структуры зоны Гинье совпадает с хорошо описанной периодической структурой, которая строго соответствует фазовой диаграмме. После продолжительного старения расчеты указывают на возможность проявления эффектов огрубления структуры (см. рис. 10). При этом, согласно Дж. Хилларду, «простое уравнение может описать полный цикл существования частицы от зарождения и до ее исчезновения».

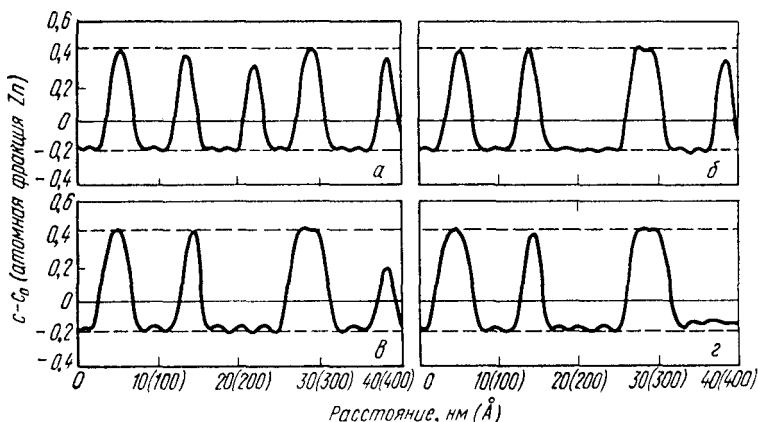


Рис. 10. Расчетные профили составов для сплава Al+22,5% (ат.) Zn, состаренного при 100°С «внутри компьютера» (центр когерентности разрыва смешиваемости). Отмечена реакция огрубления. Продолжительность старения, сек:

а — 6000; б — 14 000; в — 24 000; г — 25 000

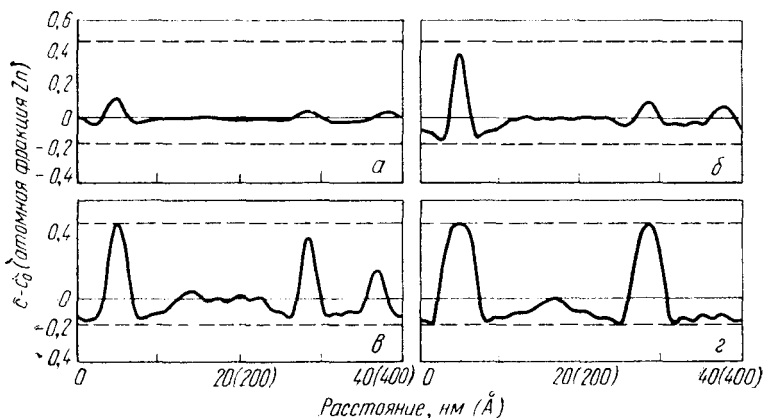


Рис. 11. Расчетные профили составов для сплава Al+20% (ат.) Zn, состаренного при 100°С «внутри компьютера» (вблизи границы когерентного разрыва смешиваемости). Конечная морфология определяется почти полностью начальными условиями. Продолжительность старения, сек:

а — 1200; б — 1680; в — 2160; г — 3840

Для составов [20% (ат.) Zn], находящихся еще ближе к спинодалу (рис. 11), зафиксирована реакция ранней стадии огрубления структуры и растворение вторичного максимума зоны Гинье—Престона, прежде чем появится возможность для образования самостоятельного выделения, как это происходило в предыдущем случае.

Результаты моделирования подтверждены экспериментально¹. На рис. 12 показана последовательность изменения спектра малоуглового рентгеновского рассеяния при старении¹ сплава Al+22% Zn при 150°С, а на рис. 13 — последовательность изменения спектра интенсивностей Фурье, полученного в результате решения уравнения (10) для одномерного изменения состава того же сплава, состаренного при 150°С «внутри компьютера». Достигнуто хорошее соответствие между экспериментальными и теоретическими данными, если учесть, что имеются неконтролируемые параметры.

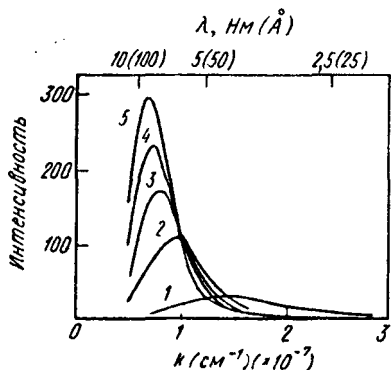


Рис. 12. Интенсивность малоуглового рассеяния для сплава Al+22,5% (ат.) Zn, состаренного при 150°С в течение различного времени, сек:

1 — 0; 2 — 15; 3 — 30; 4 — 45; 5 — 60

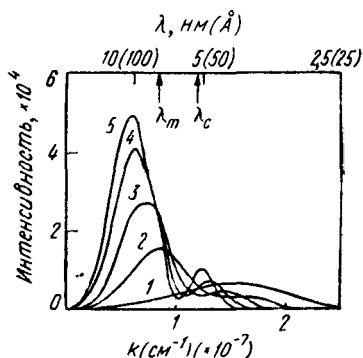


Рис. 13. Изменение спектра интенсивностей Фурье для одномерного изменения состава для сплава Al+22,5% (ат.) Zn, состаренного при 150°С «внутри компьютера» в течение различного времени, сек:

1 — 0; 2 — 24; 3 — 48; 4 — 72; 5 — 90

Подобного рода расчеты не были проведены вне спинодала вследствие того, что начальные условия (см. рис. 8—11), играют более важную роль при приближении среднего состава раствора к спинодалу. Вне спинодала, но внутри области разрыва смешиваемости начальные условия, определенные из статического анализа флуктуаций, полностью управляют процессом, и в этом случае необходимо найти точное выражение для члена источника s в уравнении (10). Кук [16] провел статистическую обработку интенсивности термических флуктуаций в бинарных растворах с точки зрения теории броуновского движения. Результаты этой работы рассмотрены в следующем разделе и являются попыткой разработать теорию зародышеобразования на современном уровне. Однако вследствие значительных трудностей при расчетах, связанных с решением уравнения (10), теория пока не дает методов количественного решения для трехмерного пространства.

Из анализа уравнения диффузии можно сделать вывод, подтверждающий выводы статической обработки в предшествующем разделе: имеется только один механизм распада в твердых раство-

¹ Старение проводили в ванне с силиконовым маслом.

рах и только одно уравнение, управляющее кинетиками распада. Зародышеобразование и рост, а также спинодальный распад действительно являются двумя крайними случаями одного и того же процесса, причем в одном крайнем случае¹ доминирует статистика образования слоя, а в другом² — рост периодических модуляций состава.

Сформулированное термодинамическое определение спинодального распада не имеет практического смысла, так как мы не ожидаем непрерывности в любой кинетике, морфологии или свойствах в области спинодала. Тем не менее наблюдается типичный спинодальный распад: он происходит для составов, лежащих внутри спинодала, т.е. при больших пересыщениях или переохлаждениях, и при этих условиях нелинейными членами уравнения (10) можно пренебречь на начальных стадиях процесса, вследствие чего упорядоченное уравнение диффузии легко решается аналитически.

Решение линеаризованного уравнения

Для средних составов и температур старения, лежащих полностью внутри спинодала, и, в частности, для c_0 вблизи центра области разрыва смешиваемости абсолютное значение отношения третьей производной $f(c)$ ко второй (f_0'''/f_0'') значительно < 1 (см. рис. 7), поэтому квадратичным членом c потенциала $\phi(c)$ можно пренебречь [см. уравнения (9) и (11)], по крайней мере, при малых изменениях состава ($c - c_0$). Это условие почти всегда выполнимо для раствора в течение ранних стадий превращения. Хотя четвертая производная f_0^{IV} не исчезает на фазовой диаграмме (имеется положительная константа в четвертой степени полинома в используемой аппроксимации), членом третьей степени потенциала $\phi(c)$ можно первоначально также пренебречь, так как его значение пропорционально третьей степени изменения состава и мало по величине. Следовательно, при указанных условиях функция потенциала $\phi(c)$ может быть линеаризована, что приведет к следующему уравнению диффузии [1]:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = M \left(f_0^{II} + 2\eta^2 Y \right) \nabla^2 c - 2MK \nabla^4 c + s. \quad (12)$$

Если в дальнейшем предположить, что подвижность M и коэффициент градиента энергии K не зависят от состава и времени и член источника также не зависит от состава, конечное линеаризованное уравнение диффузии можно легко решить методом Фурье [1]:

$$c(x, t) = c_0 + \int A(k, t) e^{ik \cdot x} d^3k,$$

в котором необходимо проинтегрировать все основные значения вол-

¹ Вблизи границы области разрыва смешиваемости.

² Ближе к центру области разрыва смешиваемости.

нового вектора k гармоники «плоскость состава—концентрационные волны» $\exp(ikx)$. Амплитуды ряда Фурье [16]

$$A(k, t) = A(k, 0) \exp[\alpha(k)t] + \exp[\alpha(k)t] \int_0^t S(k, r) \exp[-\alpha(k)r] dr, \quad (13)$$

в котором $A(k, 0)$ представляет амплитуды при времени $\tau=0$, т.е. трансформанту Фурье для начального условия $c(x, 0) = c_0$, а $S(k, t)$ — трансформанту Фурье для члена источника s .

Функция Фурье-пространства $\alpha(k)$, или фактор усиления определяется из следующего уравнения [1, 2]¹:

$$\alpha(k) = -Mk^2 (f_0'' + 2\eta^2 Y + 2Kk^2). \quad (14)$$

При отсутствии кристаллографической анизотропии фактор усиления будет зависеть только от величины (k) волнового вектора, а не от соответствующего направления концентрации волны. Теперь, когда решение в Фурье-пространстве или в обратном пространстве выполнено, необходимо учесть в расчете ориентационную зависимость модуля упругости Y . Для кубических кристаллов Каном дано приближенное выражение для этого члена:

$$Y(k) = \frac{1}{2} (C_{11} + 2C_{12}) \times \left[3 - \frac{C_{11} + 2C_{12}}{C_{11} + 2(2C_{44} - C_{11} + C_{12}) (\gamma_2^2 \gamma_3^2 + \gamma_1^2 \gamma_3^2 + \gamma_1^2 \gamma_2^2)} \right], \quad (15)$$

где C_{ij} — константа упругости материала и γ_i — направляющий косинус K :

$$\gamma_i^2 = k_i^2 / (k_1^2 + k_2^2 + k_3^2).$$

Уравнение (15) является точным для симметричных направлений $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$.

Определение «фактор усиления» для $\alpha(k)$ оправдано следующим. Если решение для ранних стадий превращения, соответствующего центру диаграммы [см. уравнение (13)], применимо и членом источника можно пренебречь, то очевидно, что каждая гармоника концентрационной волны растет ($\alpha > 0$) или затухает ($\alpha < 0$) во времени согласно экспоненциальному закону $\exp(\alpha t)$ ^{*}.

Типичная диаграмма зависимости фактора усиления в функции порядка гармоники волны приведена на рис. 14 [4] вместе с $\alpha(k)$, которую можно получить из классического уравнения, т.е. из уравнения (12) при значении коэффициента градиента энергии, равного нулю. На рис. 14 представлены две важные величины: порядковый номер критической волны k_c (решение $\alpha(k) = 0$) и порядковый

¹ В оригинале статьи Кана волновой вектор был обозначен через β , а фактор усиления — через $R(\beta)$. Обозначения, использованные в данной статье, находятся в соответствии с предложенными недавно обработками [12, 15].

^{*} В действительности $\exp(\alpha t)$ следует называть фактором усиления, а $(\alpha)k$ — скоростью усиления.

номер оптимальной волны k_m (решение $da/dk=0$) для заданного направления k . Эти два количественных показателя связаны уравнением:

$$k_m = k_c / \sqrt{2}.$$

Физический смысл такого анализа лучше всего объяснить в терминах длин волн λ , обратно пропорциональных порядковому номеру волны:

$$\lambda = 2\pi/k.$$

С точки зрения линейной теории, если пренебречь членом источника, все гармоники (т. е. синусоиды) концентрационных волн с дли-

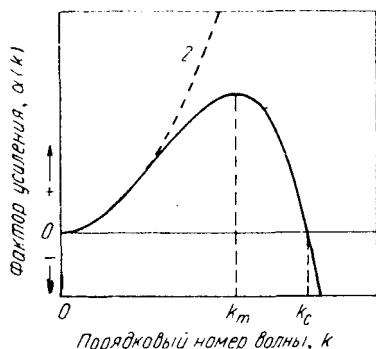


Рис. 14. Зависимость фактора усиления $\alpha(k)$ от порядкового номера волны k (сплошная кривая):

1 — решение классического уравнения; 2 — решение уравнения Кана; k_m и k_c — порядковые номера оптимальной и критической волн соответственно [4]

ной волны λ , согласно уравнению (13), будут больше критической длины волны [10]:

$$\lambda_c = 2\pi [-2K/(f'' + 2\eta^2 Y)]^{1/2} \quad (16)$$

и их амплитуда будет возрастать в процессе изотермического старения, тогда как волны с $\lambda < \lambda_c$ будут затухать. Максимальный рост в заданном направлении k происходит для оптимальной длины волны

$$\lambda_m = \lambda_c / \sqrt{2}. \quad (17)$$

Кривая температурной зависимости λ_m будет подобна кривой R_K справа от T_s , так как можно показать, что λ_m отличается от R_K только количественно (примерно в пять раз). В зависимости от знака фактора упругой анизотропии

$$A = 2C_{44} - C_{11} + C_{12}$$

будут предпочтительны определенные пространственные направления: либо $\langle 100 \rangle$ (при $A > 0$ обычный случай), либо $\langle 111 \rangle$ ($A < 0$). Таким образом, можно ожидать, что морфология начального распада определится суперпозицией волн $\langle 100 \rangle$ (или $\langle 111 \rangle$) с длиной волны λ_m .

Следует указать, что этот анализ справедлив только для начальных стадий спиноподобного распада, находящегося полностью внутри когерентного спинодала. Вне спинодала линейное приближение пол-

ностью нарушается, так как, согласно уравнению (16), длина волны λ_c , а следовательно, и λ_m являются мнимыми числами. Вследствие того, что значение K положительно в расслаивающейся системе [8], член, стоящий в скобках в уравнении (16), может быть только положительным и при этом выполняется неравенство

$$f_0'' + 2\eta^2 Y \leq 0,$$

определяющее область внутри когерентного спинодала. Подобный анализ для случая $K < 0$ (упорядочивающиеся системы) приведен в работе [12].

Кук в недавнем исследовании [16] отметил важность концентрационных флуктуаций в течение ранних стадий спинодального распада. Эти флуктуации можно ввести в расчет при использовании члена источника s в уравнении диффузии (10) или, с позиций линейной теории, с помощью уравнения (12). Можно оценить интенсивность спектра ожидаемых флуктуаций состава при использовании теории Ландау [17] для критических флуктуаций. Подход, аналогичный используемому в классической теории броуновского движения [18], дает следующие результаты [16]:

$$|A(k, t)|^2 = \{ |A(k, 0)|^2 - \langle |A(k)|^2 \rangle \} \exp[2\alpha(k)t] + \langle |A(k)|^2 \rangle, \quad (18)$$

в котором $\langle |A(k)|^2 \rangle$ — ожидаемая интенсивность флуктуаций — дана в работе [17]:

$$\langle |A(k)|^2 \rangle = \frac{k_B T}{V (f_0'' + 2\eta^2 Y + 2Kk^2)}, \quad (19)$$

где V — объем кристалла.

Из этого соотношения вытекают два важных следствия: критическая длина волны в главном направлении не превышает длину волны, определяемую уравнением (16)*:

$$\lambda_c' = 2\pi/k_c'$$

с решением для k_c'

$$|A(k, 0)|^2 = \langle |A(k)|^2 \rangle$$

и, таким образом, λ_c' зависит от начального условия, т. е. от интенсивности спектра изменения состава при закалке. Как показано Куком, такая корректировка особенно важна для очень малых начальных интенсивностей спектра, так что при прочих равных условиях чем более совершенна закалка твердого раствора, тем больше значение действительной критической длины волны будет отклоняться от значения, предсказанного теорией Кана [см. уравнение (16)]. Действительная критическая длина волны должна быть короче (порядковый номер волны выше), чем предсказанная без учета члена флуктуации. Это показано на рис. 15 [16] для спектра закалки,

* Предварительное решение $\alpha(k_c) = 0$ не является в этом случае решением $dA^2/dt = 0$ для уравнения (18), так как знаменатель в уравнении (19) обращается в нуль при $k = k_c$.

указанного сплошной линией. Полагают, что некоторый распад должен происходить в процессе закалки, так как начальный спектр, близкий к началу обратного пространства, значительно более интенсивен, чем для совершенно хаотического (неупорядоченного) раствора, показанного для сравнения горизонтальной пунктирной линией. Из этого анализа следует, что соотношение для λ_c и λ_m , данное уравнением (17), обычно не удовлетворяется на очень ранних стадиях спиноподобного распада, что часто наблюдали экспериментально.

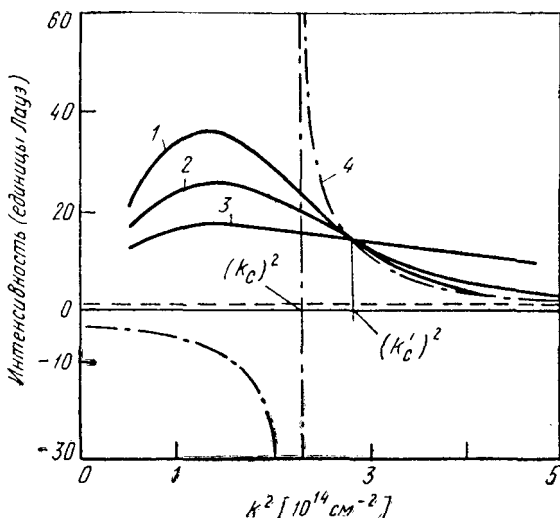


Рис. 15. Интенсивность спектра, рассчитанная согласно уравнению (18) (сплошные линии) для соответствующей продолжительности старения, и интенсивность спектра теоретических флуктуаций согласно уравнению (19) (пунктирная линия). Наблюдаемый порядковый номер критической волны k'_c равен значению, соответствующему точке пересечения этих кривых [16]:

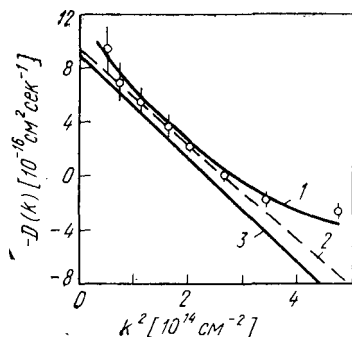
$$1 - f = 60 \text{ сек}; \quad 2 - f = 30 \text{ сек}; \quad 3 - |A(k, 0)|^2; \quad 4 - \langle |A(k)|^2 \rangle$$

Вторым важным следствием является искривление зависимости величины α/k^2 от k^2 , тогда как, согласно первоначальной теории спиноподобного распада, уравнение (14) должно давать прямую линию. Хотя прямолинейность не следует рассматривать как совершенный критерий для ранних стадий спиноподобного распада, Кук [16] показал, что возможна корректировка такого искривления, особенно если можно измерить абсолютную интенсивность. Такой пример показан на рис. 16 [16]. Пунктир-

ная линия получена из ранее прямой линии, соответствующей данным Рундмена и Хилларда [14]. Кривая, проведенная через экспериментальные точки, является попыткой подогнать все данные с учетом флуктуаций, а сплошная прямая линия является результирующей скорректированной кривой. Искривление прямолинейной за-

Рис. 16. Экспериментальные точки, показывающие искривление зависимости $-\alpha(k)/k^2 [=D(k)]$ в функции k^2 [16]:

1 — теоретическая обработка Кука; 2 — ранняя обработка данных; 3 — точная прямолинейная зависимость



висимости наблюдали экспериментально и другие исследователи [19].

Пределы применимости линейной теории определить очень трудно вследствие того, что они будут зависеть от местоположения системы в отношении когерентного спинодала и от количества продуктов распада при закалке.

Морфология

Из предшествующего обсуждения следует, что, поскольку при спинодале процесс распада будет непрерывным, морфология когерентного выделения не должна быть прерывистой. Поэтому точное положение спинодала нельзя определить только при рассмотрении морфологии продуктов распада. Непрерывность свойств вдоль когерентной фазовой диаграммы делает невозможным обсуждение специфичной морфологии спинодала. Однако можно определить типичную морфологию спинодального распада, связанную с линейной теорией, как структуру, которую можно получить для систем, состаренных полностью внутри когерентного спинодала. Опишем вначале эту типичную структуру



Для упрощения членом источника в уравнении (13) можно пренебречь. Тогда вследствие экспоненциальной зависимости кинетики роста (или затухания) гармоник волн, отвечающих составу, получаемая морфология выделения будет полностью определяться концентрационными волнами k , соответствующими максимальному значению фактора усиления $\alpha(k)$. Если фактор анизотропии A положителен, то доминируют $\langle 100 \rangle$ волны и конечная структура может быть описана приближенно тремя синусоидальными волнами с длиной волны λ_m в направлениях $[100]$, $[010]$ и $[001]$. В этом случае λ_m будет оптимальной длиной волны, определяемой как описано ранее¹. Эти $\langle 100 \rangle$ модуляции состава дают характере-

¹ В металлических системах типичные значения порядка 400–2000 нм (40–200 Å).

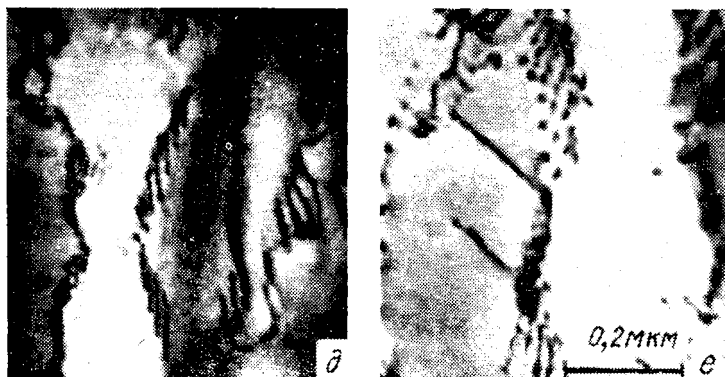


Рис. 17. Электронномикроскопические фотографии структуры сплава $\text{Cu}+\text{Ni}+\text{Fe}$, состаренного вблизи центра области разрыва смешиваемости при 775°C (тонкие фольги) [70]

Рисунок	Продолжительность старения	λ , нм (\AA)	Рисунок	Продолжительность старения	λ , нм (\AA)
<i>a</i>	2 мин	15 (150)	<i>г</i>	17 ч	97 (970)
<i>б</i>	15 »	25,4 (254)	<i>д</i>	40 »	133 (1330)
<i>в</i>	5 ч	63,5 (635)	<i>е</i>	200 »	500 (5000)

ристические «сеточные переплетения» или «твидовую» структуру.

На рис. 17 приведены электронномикроскопические фотографии микроструктур сплава $\text{Cu}-\text{Ni}-\text{Fe}$ центрального или симметричного состава по отношению к псевдобинарному разрыву смешиваемости, полученные Бутлером и Томасом [20]. На рис. 17, *a* показаны ранние стадии твидовой структуры, которые хорошо согласуются с выводами линейной теории. При продолжительном старении происходит огрубление структуры (рис. 17, *б, в*), что приводит к нарушению когерентности (рис. 17, *г — е*), и на фотографиях микроструктур ясно видны дислокационные поверхности раздела.

Для сплавов среднего состава, расположенных на диаграмме ближе (но все еще внутри спинодала), не следует ожидать типичной морфологии, доминирующей в результате быстрого роста концентрационных волн. Из проведенного выше анализа уравнения диффузии мож-

но предполагать, что исходная структура будет сильно зависеть от статистики начальных условий, обуславливающей морфологию более неопределенного вида. На рис. 18, а, приведенном из работы [20], показана морфология распада сплава Cu—Ni—Fe среднего состава ближе к спинодалу. Выстраивание когерентных частиц не будет больше доминирующей особенностью такой микроструктуры, хотя набор расстояний между частицами не совсем хаотичен. В микроструктурах, соответствующих ранним стадиям распада, может, по-видимому, наблюдаться более неопределенная морфология, обусловленная нарушением периодичности профиля состава, приведенного на рис. 11, являющегося теоретической (или одномерной) копией профиля, показанного на рис. 18, а. После продолжительного старения в том же асимметричном сплаве выявлена морфология типа «римского двора» (рис. 18, б), характеризующаяся выстраиванием кубических частиц вдоль рядов $\langle 100 \rangle$. Такую морфологию нельзя предсказать из линейной теории спинодала. Это выстраивание действительно является характерной особенностью огрубления структуры, которое можно объяснить хотя бы качественно либо при рассмотрении эффектов кристаллографической анизотропии в уравнении диффузии [21], либо при анализе межчастичных упругих взаимодействий между когерентными выделениями и матрицей [22]. Чтобы выяснить, чем обусловлено выстраивание частиц — огрублением структуры или спинодальным эффектом, воспользуемся данными работы Арделла и рассмотрим фотографию микроструктуры состаренного сплава Ni+6,71% (по массе) Al (рис. 19). Ясно видно заметное выстраивание частиц и периодичность их расположения, хотя спинодальный распад в этой системе не происходит.

Подобные выводы относительно различия в морфологии спинодала симметричного и асимметричного сплавов были сделаны Кадоретом и Делавигнетом независимо друг от друга при изучении системы Cu—Ni—Fe [23].

До сих пор мы рассматривали только $\langle 100 \rangle$ морфологию, которая возможна при условии

$$A = 2C_{44} - C_{11} + C_{12} > 0.$$

При $A < 0$ возможна $\langle 111 \rangle$ морфология, хотя точную структуру трудно предсказать теоретически и даже

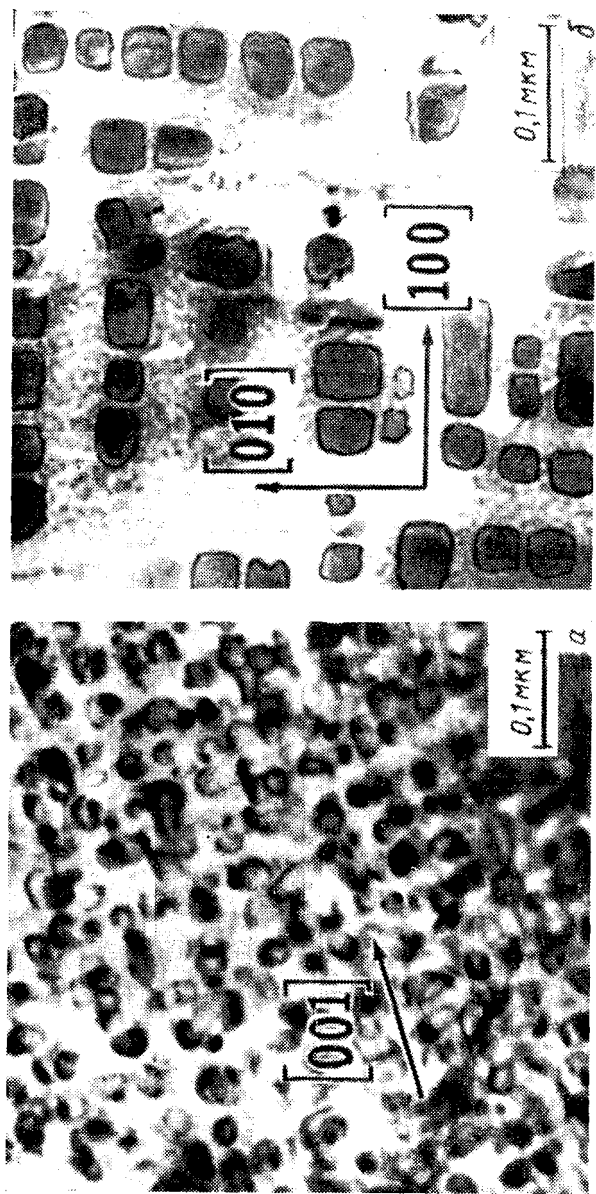


Рис. 18. Электронномикроскопические фотографии микроструктур сплава Cu+Ni+Fe асимметричного состава, состаренного при 625° С:
 а — ранняя стадия; б — старение 300 ч [20]

с позиций линейной теории из-за неопределенности в отношении фаз $\langle 111 \rangle$ волн четвертой гармоники. В общем случае можно ожидать периодическую структуру, характеризующуюся наличием дисков с высокой концентрацией растворенных атомов в направлении $\langle 110 \rangle$ [24], но существование этой структуры трудно подтвердить экспериментально, так как этот тип упру-

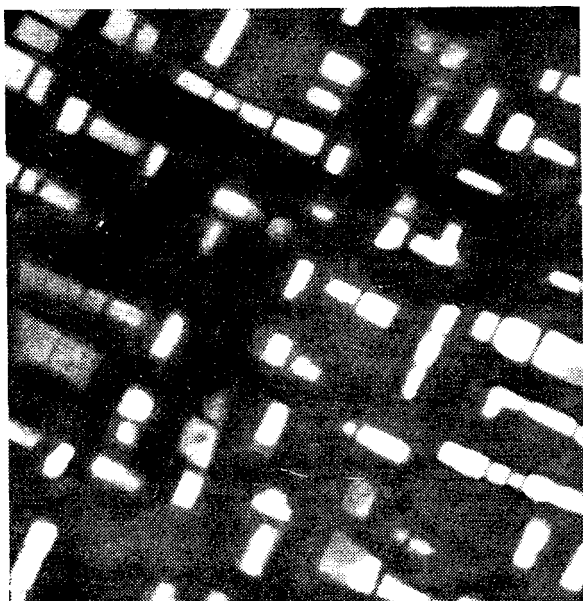


Рис. 19. Электронномикроскопическая фотография микроструктуры сплава Ni+6,71% (по массе) Al, состаренного при 750° С, 96 ч. $\times 40\ 000$

гой анизотропии является исключением в металлических системах. Условие $A < 0$, очевидно, справедливо для симметричных сплавов Al — Zn, состаренных несколько ниже когерентного спинодала. Арделл, Нуттел и Николсон [25] экспериментально подтвердили наличие $\langle 111 \rangle$ морфологии в этой системе.

В случае твердых растворов, для которых фактор анизотропии A либо параметр ошибки $|\eta|$ (или оба эти фактора) малы, выстраивания не будет даже тогда, когда система состарена полностью внутри спинодала.

В системах стекла, в которых происходит спинодальный распад, не выявлено выстраивания частиц, но обнаружено предпочтительное среднее расстояние между частицами, связанное с оптимальной длиной волны λ_m , как показано, например, Каном и Чарлизом [26].

Ранее было отмечено, что типичная или нетипичная спинодальная структура может огрубляться при про-

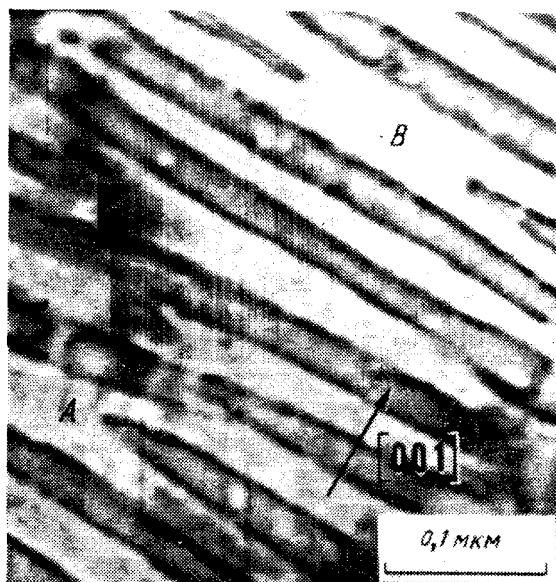


Рис. 20. Нарушение периодичности при огрублении модулированных структур (например, в точках *A* и *B*) для сплава $\text{Si}+\text{Ni}+\text{Fe}$ симметричного состава, состаренного при 775°C , 5 ч. Фольга ориентирована в направлении $[110]$; плоскости (001) перпендикулярны поверхности фольги $[20]$

должительном старении. Такое огрубление происходит не в результате гомогенного увеличения характеристической длины волны согласно общепринятой концепции, а за счет локального удвоения длины волны, которая на одномерной кривой сама выявляет растворение слабых выделений. Это иллюстрируется расчетом на ЭВМ профилей состава, показанных на рис. 9, 10, которые в трехмерном пространстве можно рассматривать как переползание краевых дислокаций через выделение, види-

мое в точках *A* и *B* на рис. 20 [20]. Кинетика огрубления соответствует закону $t^{1/3}$ до тех пор, пока не произойдет нарушение когерентности.

Экспериментально [27] и теоретически [28] было показано, что при данной температуре старения нарушение когерентности в симметричных сплавах происходит при более коротких длинах волн, чем в асимметричных сплавах. Установлено [28], что λ_0 — критическая длина

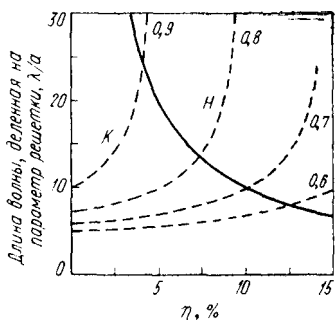


Рис. 21. Кривые изменения критической длины волны при нарушении когерентности (λ_0 , сплошная кривая) и оптимальной длины волн при спинодальном распаде (λ_m , пунктирные кривые), оцененные для модели регулярного раствора при заданных значениях T/T_c [28]: *K* — когерентный; *H* — некогерентный (*K* и *H* должны быть справа от линий)

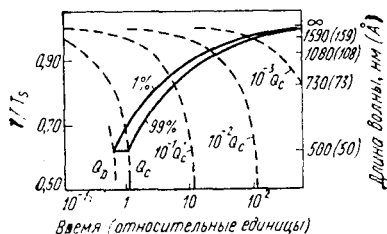


Рис. 22. Диаграмма превращения при непрерывном охлаждении для спинодального распада. Пунктирные кривые — линейные кривые охлаждения для различных значений Q_c (Q_c — скорость охлаждения, при которой сначала происходит полный распад). Характеристические длины волн могут быть прочитаны на шкале ординат справа [11]

волны для нарушения когерентности — примерно обратно пропорциональна значению параметра ошибки $|\eta|$ при условии, что подобные механизмы зарождения дислокационных поверхностей раздела будут действовать при сравнении различных систем. На рис. 21 [28] схематически показана зависимость длины волны (деленной на параметр решетки) от параметра $|\eta|$. Сплошная кривая характеризует длину волны λ_0 при нарушении когерентности, а пунктирные кривые — оптимальные длины волн при различных температурах старения. Очевидно, что нарушение когерентности может происходить до того, как спинодальная морфология будет полностью получена в системах, в которых когерентные деформации будут велики.

До сих пор рассматривали спинодальный распад при изотермическом старении. Однако ясно, что на практи-

ке нельзя достичь совершенной закалки высокотемпературного раствора, так чтобы некоторый распад не происходил в действительности. Этот процесс спинодального распада при непрерывном охлаждении теоретически исследован Хаустоном, Каном и Хиллардом [11], и на рис. 22 суммированы основные результаты их исследования. Пунктирными линиями показаны различные кривые охлаждения до температуры T (T — мгновенная абсолютная температура, а T_s — температура спинодала) в функции логарифма времени. Сплошными линиями показаны спинодальные реакции, соответствующие 1 и 99% распада. При скоростях закалки $> Q_c$ распад не происходит. При более низких скоростях реакция распада заканчивается полностью, и ожидаемая результирующая средняя длина волны (согласно линейной теории) будет равна значению на оси ординат справа, соответствующему точке пересечения подходящей кривой закалки с кривой 99%-ного распада. Приведенная диаграмма на рис. 22 является схематичной, но указанная ожидаемая длина волны должна быть правильного порядка величины.

Критерий спинодального распада

Критерий спинодального распада в бинарном твердом растворе в действительности очень прост и строго соответствует термодинамическому определению. Этот критерий может быть оценен правилом корня кубического [29], положением химического спинодала при условии известности области разрыва смешиваемости между фазами с идентичной кристаллической структурой. Тогда можно сделать допущение для когерентных деформаций путем смещения спинодала ниже температуры получения когерентного спинодала. Приведем примерное выражение для снижения температуры ΔT в отношении когерентного химического спинодала как функции состава c [4]:

$$\Delta T = \frac{2\pi^2 Y_c (1 - c)}{k_B N_V}.$$

Тогда любое строго контролируемое диффузией фазовое превращение, происходящее в течение начальных ста-

дий старения внутри когерентного спинодала, должно быть по определению спинодальным распадом.

Этот основной термодинамический критерий является по своему смыслу точным определением, но его применение к реальным исследуемым системам зависит от термодинамических параметров, значения которых недостаточно известны. Поэтому в практике используют другие критерии. К ним относятся уменьшение порядка ошибки, существование линейной зависимости величины $\alpha(k)/k^2$ от квадрата порядкового номера волны k^2 , резкое различие всех кинетик распада, наличие спутников на рентгенограммах, специфичная морфология (твидовая структура), отсутствие гетерогенных или прерывистых выделений и т. д.

Последний критерий довольно неточен и может служить лишь в качестве определения местоположения линии когерентного растворения, однако точный критерий в этом случае должен отрицать сказанное выше; если в состаренной системе имеются выделения по гетерогенному механизму зародышеобразования, а выделения, характерные для гомогенного механизма зародышеобразования, отсутствуют, то система находится вне области когерентного разрыва смешиваемости. Хотя показано, что спинодальная морфология стремится непрерывно исправлять границы зерен в системе Cu—Ni—Fe [20—30], прерывистое выделение может происходить одновременно и независимо от спинодального распада, например в сплавах систем Al—Zn [31] и Au—Pt [32, 33].

Критерии, базирующиеся на морфологии выделения, оказались необъективными; непрерывность структуры вдоль когерентной фазовой диаграммы препятствует любой положительной корреляции между морфологией и местоположением когерентного спинодала. Однако очень тонкодисперсная структура, состоящая из $\langle 100 \rangle$ (или $\langle 111 \rangle$) пересекающихся дисков с примерно равными объемными соотношениями когерентно выделяющихся фаз, как, например, структура, показанная на рис. 17, а, б, действительно состоит из типичной спинодальной морфологии, предполагаемой при распаде в системах, лежащих полностью внутри когерентного спинодала. Сравним структуры, приведенные на рис. 18, б и 19. Какая из этих структур является струк-

турой спинодального распада? На этот вопрос нельзя ответить без дополнительной информации, и следует напомнить, что периодичность структуры еще не является признаком спинодального распада, так же как при спинодальном распаде не обязательно должна наблюдаться периодичность.

Появление спутников вокруг основных рефлексов на рентгенограмме [34] и их наблюдение служило первым доказательством наличия модулированных структур в сплаве до появления теорий Хиллерта [10] и Ка-

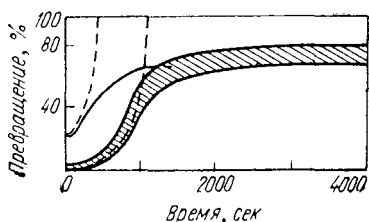


Рис. 23. Расчетные кривые превращения для сплава Al+22,5% (ат.) Zn, состаренного при 100° С

на [1]. Спутники в обратном пространстве действительно являются прямым следствием регулярных периодических морфологий в прямом пространстве, и поэтому нет оснований утверждать очевидность спинодального распада. В частности, для асимметричных составов спутники могут быть асимметричными в отношении интенсивности, а также и положения [35], вызывая в крайних случаях явное исчезновение одного из спутников. Такой эффект трудно объяснить в терминах модуляций состава в прямом пространстве.

Все кинетические критерии основаны на том аргументе, что кинетический закон при спинодальном распаде является экспоненциальным, в то время как закон зародышеобразования и роста для зависимости полное превращение — время старения выражается сигмоидальной кривой и связан с процессами инкубационного периода и роста. Однако такой аргумент несправедлив, так как экспоненциальный закон применим только к ранним стадиям спинодального распада для систем, лежащих полностью внутри спинодала. Кривые зависимости теоретический процент распада — время показаны на рис. 23 для сплава асимметричного состава [Al+22,5% (ат.) Zn]. Данные для произвольных началь-

ных условий с малыми концентрационными неоднородностями показаны заштрихованной полосой. Данные для начальных условий с большими концентрационными неоднородностями (закаленное состояние) показаны утолщенной кривой сверху слева. Пунктиром показаны кривые изменения процента превращения, рассчитанные согласно линейному уравнению. Кривые окончания превращения, рассчитанные согласно нелинейному уравнению диффузии для различных очень малых начальных флуктуаций состава, расположены внутри заштрихованной полосы. Соответствующая кривая, рассчитанная из линейного уравнения диффузии (12), соответствует ожидаемому экспоненциальному закону, но становится неоправданно высокой после 60%-ного распада. Для более высоких значений начального изменения состава (в закаленном состоянии) решение линейного уравнения невозможно почти с начала процесса, как показано сплошной и пунктирной линией слева на рис. 23. В обоих случаях кривые, полученные при расчетах согласно такому уравнению диффузии (сплошные кривые), имеют сигмоидальную форму, и поэтому нельзя надеяться на возможность отличить различные типы процессов распада только на основе кинетических измерений одного параметра (процента распада).

Более сложный и более достоверный кинетический анализ был впервые предложен Рундменом и Хиллардом [14] на основе исследования спинодального распада в системе Al—Zn, а затем использованный и при изучении других систем¹. Этот метод заключается в оценке изменения состава по интенсивности спектра, полученного прецизионными измерениями интенсивности спектра малоуглового рентгеновского рассеяния при различной продолжительности старения, и построения кривой зависимости логарифма отношения интенсивности за определенное время старения в функции $(1/k^2)$.

Полученную таким образом линейную зависимость можно рассматривать как хорошее подтверждение линейной теории для ранних стадий спинодального распада. Однако без измерений абсолютной интенсивности трудно установить, действительно ли зафиксированы ранние стадии распада [36, 37] или имеются

¹ Обзор Хилларда [4] последних работ.

определенные аномалии, например, такие, как искривление «прямолинейности» [19], существенный сдвиг в значении критической длины волны как функции времени старения и неточность отношения критической длины волны к оптимальной, обусловленные влиянием нелинейных членов в уравнении диффузии или, согласно предположениям Кука [16], наличием флуктуаций состава в растворе. Однако наблюдение этих и других возможных аномалий в данной системе не является необходимым условием нахождения системы вне спинодального распада, и линейную зависимость, откорректированную с учетом влияния флуктуаций, следует рассматривать при проверке применимости решения линейного уравнения диффузии к областям либо внутри, либо вне когерентного разрыва смешиваемости. Поэтому линейная зависимость еще не является точным критерием спинодального распада.

Заключение

Таким образом, тонкодисперсную структуру когерентных периодических выделений можно получить в результате быстрой закалки (или старения) твердого раствора, расположенного на фазовой диаграмме полностью внутри когерентного спинодала (желательно ближе к центру метастабильного разрыва смешиваемости). Конечная структура будет иметь плотность частиц около 10^{18} см^{-2} и обедненные, а также обогащенные растворенными атомами области, примерно равные по объему и сильно вытянутые в направлении $\langle 100 \rangle$. За некоторыми исключениями (системы Al—Zn, Au—Ni, Au—Pt) большинство бинарных металлических систем имеет «недостижимые» метастабильные разрывы смешиваемости.¹

Даже в очень редких случаях, когда такая обработка возможна до закалки, спинодальный распад в определенных случаях (система Au—Ni) будет подавлен (вследствие высоких когерентных деформаций [38]) до таких температур, что диффузионная подвижность атомов при заданных температурах старения будет очень низкой.

¹ Т. е. невозможно состарить такой раствор в стабильном однофазном состоянии выше центра разрыва смешиваемости.

Вследствие этого многокомпонентные системы дают значительно бóльшие возможности для изучения спинодального распада по сравнению с двойными металлическими системами. Вероятно, имеется большое число тройных систем, которые имеют достижимые разрывы смешиваемости, например Cu—Ni—Fe и Cu—Ni—Cr [39]. Тройные системы более предпочтительны и в других отношениях. Для основных средних составов многокомпонентные системы могут распадаться без когерентных деформаций. Наличие в заметных количествах более двух компонентов может приводить к одновременному упорядочению и расслоению [40], двум характерным свойствам, которые не проявляются обычно вместе в бинарных системах. Более того, в многокомпонентные системы можно вводить дополнительные элементы, влияющие на сегрегацию по границам зерен и предотвращающие появление прерывистых выделений, которые часто вызывают хрупкость в бинарных спинодальных системах [31, 33].

Поэтому следует проводить дальнейшие работы по изучению спинодального распада в многокомпонентных системах, а также определить зависимость между спинодальными (или упорядочивающимися) структурами и их механическими свойствами. Упрочнение при спинодальном распаде теоретически было изучено Каном [41], однако существуют некоторые противоречия между теоретическими расчетами и экспериментальными данными [31, 33].

Список литературы

1. Cahn J. W. Acta Met., 1961, v. 10, p. 795.
2. Cahn J. W. Acta Met., 1962, v. 10, p. 179.
3. Cahn J. W. Trans. AIME, 1968, v. 242, p. 166.
4. Hilliard J. E. Phase Transformations, ASM Seminar, 1968.
5. The Scientific Papers of J. Willard Gibbs, Dover, N. Y., 1961, p. 105.
6. De Fontaine D. Trans. AIME, 1969, v. 245, p. 1703.
7. Cahn J. R. Acta Met., 1962, v. 10, p. 907.
8. Cahn J. W., Hilliard J. E. J. Chem. Phys., 1958, v. 28, p. 258.
9. Cahn J. W., Hilliard J. E. J. Chem. Phys., 1959, v. 31, p. 688.
10. Hillert M. Acta Met., 1961, v. 9, p. 525.
11. Huston E. L. a. o. Acta Met., 1966, v. 14, p. 1053.
12. Cook H. E. a. o. Acta Met., 1969, v. 17, p. 765.
13. Cahn J. W., Acta Met., 1966, v. 14, p. 1685.
14. Rundman K. B., Hilliard J. E. Acta Met., 1967, v. 15, p. 1025.
15. Bonfiglioli A. F., Guinier A. Acta. Met., 1966, v. 14, p. 1213.

16. Cook H. E. Acta Met., 1970, v. 18, p. 297.
17. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Статистическая физика, «Наука», 1964.
18. Uhlenbeck G. E., Ornstein L. S. Phys. Rev., 1930, v. 36, p. 823.
19. Neilson G. F. Phys. Chem. Glasses, 1969, v. 10, p. 54.
20. Butler E. P., Thomas G. Acta Met., 1970, v. 18, p. 347.
21. Cahn J. W. Mechanism of Phase Transformations in Crystalline Solids, Inst. of Metals, Manchester, England, 1968.
22. Ardell A. J., Nicholson R. B. Acta Met., 1966, v. 14, p. 1295.
23. Cadoret R., Delavignette P. Phys. Stat. Sol., 1969, v. 32, p. 853.
24. Cahn J. W. Acta Met., 1964, v. 12, p. 1457.
25. Ardell A. J. a. o. The Mechanism of Phase Transformation in Crystalline Solids, Inst. of Metals, London, 1968, p. 22.
26. Cahn J. W., Charles R. J. Phys. Chem. Glasses, 1965, v. 6, p. 181.
27. Carpenter R. W. Acta Met., 1967, v. 15, p. 1567.
28. De Fontaine D. Acta Met., 1969, v. 17, p. 477.
29. Cook H. E., Hilliard J. E., Trans. AIME, 1965, v. 233, p. 142.
30. Nicholson R. B., Tufton P. J. Z. Angew. Phys., 1966, Bd. 21, S. 59.
31. Douglass D. L., Barbee T. W. J. Mat. Sci., 1969, v. 4, p. 121.
32. Tiedema T. J. a. o. Acta Met., 1957, v. 5, p. 310.
33. Carpenter R. W. Acta Met., 1967, v. 15, p. 1297.
34. Daniel V., Lipson H. Proc. Roy. Soc., 1943—1944, v. A182, p. 378.
35. De Fontaine D. Local Atomic Arrangements Studied by X-Ray Diffraction, ed. by J. B. Cohen and J. E. Hilliard, Gordon and Breach, 1966, p. 51.
36. Gerold V., Mertz W. Scripta Met., 1967, v. 1, p. 33.
37. Hilliard J. E., Rundman K. B. Scripta Met., 1967, v. 1, p. 37.
38. Golding B., Moss S. C. Acta Met., 1967, v. 15, p. 1239.
39. Badia F. A., a. o. Trans. ASM, 1967, v. 60, p. 395.
40. De Fontaine D. Acta Cryst., 1969, v. A 25, S. 229.
41. Cahn J. W. Acta Met., 1963, v. 11, p. 1275.

УДК 669.14.018.2

Л. Ф. ПОРТЕР, Д. С. ДОБКОВСКИ

РЕГУЛИРОВАНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЕМ

В результате многократных циклов фазового перехода при нагреве и охлаждении можно измельчить первичное аустенитное зерно в сталях до 14 1/2 балла по шкале ASTM. Размер конечного зерна будет зависеть от различных факторов: химического состава стали,

исходной микроструктуры, скорости нагрева в интервале превращения, максимальной температуры нагрева, времени выдержки выше точки A_3 и числа циклов быстрый нагрев — охлаждение.

Измельчение зерна в мартенситных сталях обуславливает повышение предела текучести на 350 Мн/м^2 (35 кг/мм^2) и предела прочности на 210 Мн/м^2 (21 кг/мм^2) и приводит к незначительному снижению ударной вязкости. Температура перехода из вязкого состояния в хрупкое при измельчении зерна значительно понижается. В данной работе изучено влияние указанных факторов на механические свойства глубоко прокаливающихся сталей системы Ni—Cr—Mo со сверхмелким зерном и установлена взаимосвязь прочности и ударной вязкости с микроструктурой.

Основным способом регулирования размера зерна в сталях является введение легирующих элементов — ингибиторов роста зерна, например алюминия, титана, циркония и ванадия. Эти элементы образуют стабильные при высоких температурах нагрева нитриды, карбонитриды или карбиды, которые препятствуют росту зерна. Таким образом, можно получить в стали после обычной термической обработки размер зерна порядка 8—9-го балла шкалы ASTM. Сталь с таким размером зерна будет иметь более низкую температуру перехода из вязкого состояния в хрупкое, меньшую прокаливаемость при практически неизменном уровне прочности.

Недавно Грэндж предложил способ измельчения первичного зерна аустенита в сталях до $14 \frac{1}{2}$ балла по шкале ASTM (диаметр зерна 3—5 $\mu\text{м}$). Сущность предлагаемого им способа заключается в проведении многократных циклов быстрого нагрева (аустенизации) и охлаждения. Этот способ, получивший в настоящее время название «термообработка с быстрым нагревом», применим ко всем сталям — с мелким зерном и с крупным, упрочняющимся в результате закалки, и может быть также использован в других сплавах, имеющих превращение, близкое по своим характеристикам к превращению в стали.

В отличие от сталей с мелким зерном стали со сверхмелким зерном, полученным в результате термической обработки с быстрым нагревом, имеют значительно более высокие прочностные свойства (σ_b и $\sigma_{0,2}$) и несколько меньшие значения ударной вязкости в области вязкого разрушения. Порог хладноломкости в сталях со сверхмелким зерном сдвинут к значительно более низким температурам. Таким образом, указанный способ дает новый принцип упрочнения сталей, отличающийся тем, что повышение прочностных свойств достигается без одновременного снижения ударной вязкости.

В легированных сталях с низким содержанием примесных элементов можно получить после термической обработки с быстрым нагревом работу разрушения на образцах Шарпи с V-образным надрезом при соответствующих значениях предела текучести:

A_p , Дж ($\text{кг} \cdot \text{м}$)	125 (12,5)	69 (6,9)
σ_T , Мн/м^2 (кг/мм^2)	1330 (133)	1680 (168)
K_{1c} , $\text{Мн/м}^{3/2}$ ($\text{кг/мм}^{3/2}$)	307,5 (992)	230,5 (744)

В работе рассмотрен этот способ, позволяющий получать регулируемый размер зерна в результате термоциклирования. Детально анализируется влияние различных параметров на поведение легированных сталей при термической обработке с быстрым нагревом, их микроструктуру и механические свойства.

Факторы, влияющие на измельчение зерна при термоциклировании

Перечислим основные факторы, влияющие на степень измельчения зерна и механические свойства сталей при термической обработке с быстрым нагревом:

1) химический состав стали; 2) исходная микроструктура; 3) скорость нагрева; 4) максимальная температура нагрева; 5) продолжительность выдержки при температуре выше точки A_3 ; 6) число циклов нагрев-охлаждение; 7) режим отпуска после проведения циклов нагрев-охлаждение.

Чтобы оценить важность этих факторов и изучить влияние термической обработки с быстрым нагревом на механические свойства сталей, предварительное исследование проводили на высокопрочной стали в закаленном и отпущенном состоянии с высокой ударной вязкостью.

Выбранная для предварительного исследования сталь 5% Ni+Cr+Mo+V ($HV=300$) имеет после закалки и отпуска высокие значения предела текучести и ударной вязкости. Химический состав исследованной плавки стали следующий, % (по массе): 0,10 C; 0,72 Mn; 0,007 P; 0,004 S; 0,26 Si; 4,95 Ni; 0,58 Cr; 0,52 Mo; 0,64 V; 0,019 Al*; 0,010 N**; 0,002 O.

Термическую обработку с быстрым нагревом проводили на индукционном аппарате мощностью 200 кВт и частотой тока 3000 пер/сек. Заготовки в виде пластин, имеющие размеры $12,5 \times 152 \times 228$ мм, перемещались в индукторе вертикально с контролируемой скоростью и закалывались в спрейере.

Было изучено влияние указанных факторов на прочностные свойства и ударную вязкость стали:

Начальное состояние	Закалка сразу после прокатки
Скорость нагрева, град/сек	1,1; 5,5 и 9
Число циклов нагрева до температуры аустенизации	1; 5
Температура аустенизации, °C	770, 843, 927
Продолжительность выдержки при температуре аустенизации, сек	10—15 и 50—70
Термическая обработка	Без отпуска; отпуск при 205, 371 и 538° C

Кроме механических свойств, исследовали также изменение микроструктуры и размера зерна после выбранных режимов быстрого нагрева.

Статистическая обработка полученных результатов позволила вывести уравнения, позволяющие предсказывать прочностные свойства и ударную вязкость при любых сочетаниях изученных факторов. Однако эти уравнения довольно сложны и не дают возможности простой интерпретации результатов расчета. Детальный математический анализ уравнений показал, что для получения максимальной упругости сталь 5 Ni+Cr+Mo+V после прокатки должна

* Растворен в кислоте.

** Определен по методу Келдеша.

быть подвергнута пяти циклам быстрого нагрева с максимальной скоростью нагрева 9 град/сек и минимальной выдержкой при температуре аустенизации 10—15 сек с последующим быстрым охлаждением (закалкой). Максимальная температура аустенизации должна быть несколько выше точки A_3 (776°С), а после проведения циклов быстрый нагрев-закалка необходим отпуск при 205°С.

Изменение предела текучести и ударной вязкости стали после термической обработки показано на рис. 1 (образцы в исходном со-

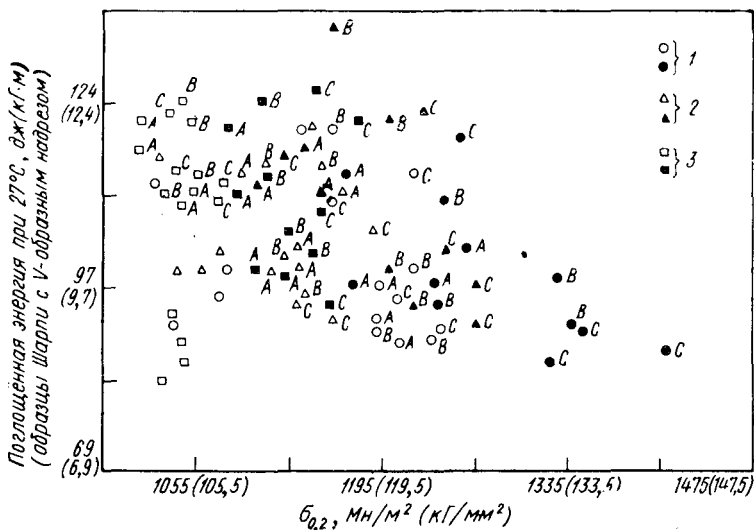


Рис. 1. Влияние термической обработки с быстрым нагревом на соотношение прочность — ударная вязкость в стали 5% Ni+Cr+Mo+V. Температура аустенизации, °С:

1 — 774; 2 — 843; 3 — 927. Скорость нагрева, град/сек: А — 1,1; В — 5,5; С — 9. Точки без буквенных индексов — обычная термическая обработка. Светлые точки — один цикл аустенизации; черные точки — пять циклов аустенизации. Образцы не подвергали отпуску или подвергали при 205; 371 и 563°С

стоянии имели структуру горячей прокатки). После термической обработки по указанным выше оптимальным режимам предел текучести стали увеличивается с 1050 Мн/м² (105 кг/мм²) до 1400 Мн/м² (140 кг/мм²), а ударная вязкость снижается незначительно.

Другие сочетания изученных факторов обеспечивают значительное повышение ударной вязкости [на 42 дж (4,2 кг·м) при незначительном повышении прочностных свойств]. В целом термическая обработка с быстрым нагревом обеспечивает лучшее сочетание прочность — ударная вязкость по сравнению с обычной (печной) термической обработкой. В табл. 1 приведены механические свойства после обычной термической обработки и термической обработки с быстрым нагревом по оптимальному режиму.

После обработки с быстрым нагревом размер первичного аустенитного зерна был равен 14 1/2 балла по ASTM. После пяти циклов

Таблица 1

Механические свойства стали 5% Ni+Cr+Mo+V после обычной термической обработки и термической обработки с быстрым нагревом

Термическая обработка	Механические свойства				Ψ, %	Испытания *3 на ударную вязкость образцов Шарпи с V-образным надрезом при 27° С	
	t _{отп} , °С	σ _{0,2} , Мн/мм ² (кг/мм ²)	σ _в , Мн/мм ² (кг/мм ²)	δ, % (на базе 25,4 мм)		поглощенная энергия, джс (кг·м)	остаточное раскрятое надреза, мм
Обычная*1	205	1070 (107)	1270 (127)	18,0	67,6	100 (10,0)	42
	538	1020 (102)	1085 (108,5)	21,5	67,6	119 (11,9)	52
Быстрый нагрев*2	205	1405 (140,5)	1460 (146)	16,0	63,9	870 (87)	32
	538	1250 (125)	+ +	18,0	68,7	119 (11,9)	46

*1 Нормализация с 776° С 0,5 ч, 9-й балл зерна по ASTM.

*2 Пять циклов быстрого нагрева со скоростью 9 град/сек до максимальной температуры 776° С, 14 1/2 балла зерна по ASTM; + — точки верхнего предела текучести и предела прочности совпадают.

*3 Во всех случаях 100% вязкого излома.

быстрого нагрева и последующего отпуска при 538° С предел текучести становился равным пределу прочности ($\sigma_{0,2}/\sigma_v = 1$). Такое соотношение, получаемое при температурах отпуска выше 205° С, обычно нежелательно. Поэтому в дальнейшем температура отпуска после быстрого нагрева была ограничена 205° С. Различие в кривых изменения ударной вязкости стали 5 Ni+Cr+Mo+V с температурой после обычной термической обработки и быстрого нагрева показано на рис. 2. Измельчение зерна после быстрого нагрева обусловило плавное снижение работы поглощения с понижением температуры испытаний. Резкий переход из вязкого состояния в хрупкое, характерный для образцов после обычной термической обработки, термической обработки с быстрым нагревом не наблюдался. Поглощенная энергия в этом случае снижалась на образцах Шарпи с V-образным надрезом с 83 джс (8,3 кг·м) при -73° С до 55 джс (5,5 кг·м) при -195° С.

В процессе предварительного исследования возникло множество вопросов, касающихся влияния изучаемых факторов. Например, чем обусловлено то, что исходная микроструктура после прокатки более предпочтительна

по сравнению с исходной структурой закалки? Имеются ли другие оптимальные в отношении измельчения зерна исходные микроструктуры? Каковы критерии выбора стали, менее чувствительной к росту зерна при нагреве до максимальной температуры? Можно ли выбрать сталь с таким химическим составом, чтобы после быстрого нагрева можно было проводить отпуск при температурах

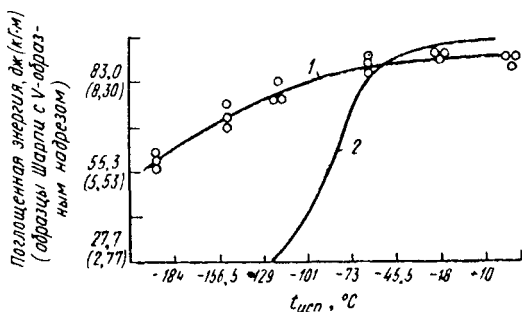


Рис. 2. Сравнение кривых перехода из вязкого состояния в хрупкое стали 5% Ni+Cr+Mo+V после термической обработки с быстрым нагревом и после обычной термической обработки

Кривая	Термическая обработка	$\sigma_{0,2}$, Мн/м ² (кг/мм ²)	σ_b , Мн/м ² (кг/мм ²)	Балл зерна по шкале ASTM
1	С быстрым нагревом	1430 (143)	1490 (149)	14,5
2	После печного нагрева	1105 (110,5)	1300 (130)	0

более 205° С без достижения отношения $\sigma_{0,2}/\sigma_b$, равного единице? Каково влияние химического состава стали? Имеются ли ограничения для скорости нагрева и числа циклов? Результаты изучения перечисленных факторов рассмотрены ниже. Предварительные данные о влиянии химического состава стали будут сообщены позже.

Скорость нагрева и число циклов

Чтобы получить более обширные сведения о влиянии скорости нагрева и числа циклов, были проведены дополнительные исследования на стали 5 Ni+Cr+Mo+V, использованной в предварительном исследовании. Такие

Таблица 2

Механические свойства пластин из стали 5Ni—Cr—Mo—V
толщиной 12,7 мм, подвергнутых термической обработке
с быстрым нагревом¹

Число циклов*	$\sigma_{0,2}$, Мн/м ² (кг/мм ²)	σ_b , Мн/м ² (кг/мм ²)	δ , % (на базе 25,4 мм)		Поглощенная энергия (образцы Шарпи с V-образным надрезом) при —18°С, дж (кг·м)	Среднее число зерен на 1 см ² при увеличении в 100 раз
<i>Обычная термическая обработка</i>						
	1150 (115)	1175 (117,5)	15,0	68,2	104 (10,4)	40
<i>v_{нагр} = 1,4 град/сек</i>						
1	1195 (119,5)	1380 (138)	16,0	66,5	10,6 (10,6)	280
2	1245 (124,5)	1380 (138)	15,0	66,2	104 (10,4)	495
3	1265 (126,5)	1415 (141,5)	16,0	66,5	101 (10,1)	745
4	1280 (128,0)	1405 (140,5)	16,0	66,3	97 (9,7)	900
5	1300 (130,0)	1420 (142,0)	16,0	66,5	93 (9,3)	945
7	1295 (129,5)	1420 (142,0)	15,5	66,7	93 (9,3)	1010
9	1300 (130,0)	1435 (143,5)	15,5	66,2	97 (9,7)	1010
<i>v_{нагр} = 5 град/сек</i>						
1	1210 (121,0)	1380 (138,0)	15,0	65,9	109 (10,9)	495
2	1230 (123,0)	1385 (138,5)	15,0	67,5	100 (10,0)	900
3	1315 (131,5)	1420 (142,0)	15,0	66,5	101 (10,1)	1100
4	1320 (132,0)	1428 (142,8)	15,0	66,7	94 (9,4)	1190
5	1335 (133,5)	1435 (143,5)	15,0	66,4	95 (9,5)	1320
7	1345 (134,5)	1450 (145,0)	15,0	67,1	90 (9,0)	1425
9	1355 (135,5)	1450 (145,0)	15,0	66,2	91 (9,1)	1425
<i>v_{нагр} = 9 град/сек</i>						
1	1270 (127,0)	1420 (142,0)	16,0	64,0	100 (10,0)	540
2	1340 (134,0)	1455 (145,5)	16,0	64,9	91 (9,1)	990
3	1385 (138,5)	1460 (146,0)	16,0	65,7	84 (8,4)	1425
4	1400 (140,0)	1460 (146,0)	16,0	65,3	82 (8,2)	1675
5	1420 (142,0)	1485 (148,5)	16,0	66,2	77 (7,7)	1935
7	1425 (142,5)	1475 (147,5)	16,0	65,2	73 (7,3)	2230
9	1420 (142,0)	1470 (147,0)	15,5	65,0	76 (7,6)	2235

Примечание. Приведенные в таблице данные являются средним значением испытаний двух стандартных разрывных образцов диаметром 6,4 мм и ударных образцов Шарпи с V-образным надрезом.

¹ Пластины быстро нагревали с указанными скоростями до максимальной температуры 777 ± 5°С и затем закаливали в воде и отпускали при 205°С в течение часа, охлаждение в воде.

же образцы размером $12,5 \times 152 \times 228$ мм подвергали термической обработке на описанном ранее аппарате индукционного нагрева. Образцы нагревали со скоростями 1, 4; 5 и 9 град/сек, число циклов быстрого нагрева при каждой скорости составляло 1; 2; 3; 4; 5; 7 или 9. В каждом случае максимальная температура нагрева составляла $776,5 \pm 5,5^\circ \text{C}$, и после последнего цикла быстрый на-

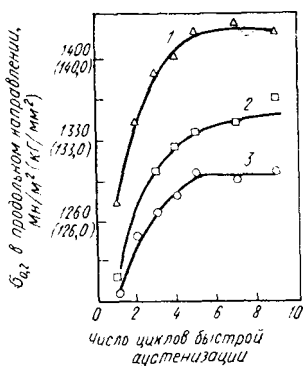


Рис. 3. Влияние числа циклов быстрой аустенизации и скорости нагрева на величину предела текучести пластин из стали 5 Ni+Cr+Mo+V толщиной 12,7 мм (максимальная температура аустенизации $777 \pm 5^\circ \text{C}$). После последнего цикла нагрева образцы подвергали отпуску при 205°C . Скорость нагрева, град/сек:

1 — 9; 2 — 5; 3 — 1,4

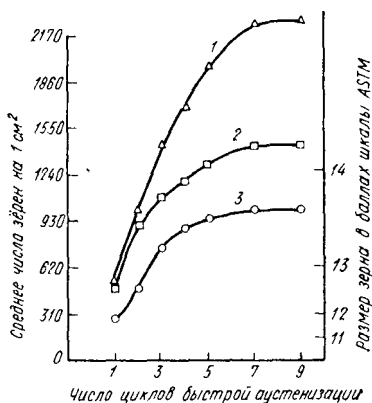


Рис. 4. Влияние числа циклов быстрой аустенизации и скорости нагрева на размер первичного аустенитного зерна в пластинах из стали 5% Ni+Cr+Mo+V толщиной 12,7 мм (максимальная температура аустенизации $777 \pm 5^\circ \text{C}$). Скорость нагрева, град/сек:

1 — 9; 2 — 5; 3 — 1,4

грев — охлаждение пластины подвергали отпуску при 205°C .

Размер зерна и механические свойства стали после обычной термической обработки и каждого варианта быстрого нагрева приведены в табл. 2, а изменение предела текучести и размера зерна в зависимости от варианта обработки показано также на рис. 3 и 4. Для каждой скорости нагрева предел текучести непрерывно возрастал с увеличением числа циклов аустенизации до пяти, при большем числе циклов предел текучести не изменялся. Однако на рис. 5 показано, что увеличение числа циклов с пяти до семи вызывает дополнительное измельчение зерна при высоких скоростях нагрева. При увеличении

числа циклов до девяти дальнейшего измельчения зерна не происходит. Таким образом, насыщение механических свойств достигается раньше, чем в случае измельчения зерна.

Установлено также, что важным фактором является скорость нагрева. Так, при скорости нагрева $1,3 \text{ град/сек}$ максимальное увеличение предела текучести составляло 155 Мн/м^2 ($15,5 \text{ кг/мм}^2$), а при 9 град/сек — 280 Мн/м^2 (28 кг/мм^2), т. е. примерно в два раза выше. При увеличении предела текучести на 280 Мн/м^2 (28 кг/мм^2) поглощенная энергия на образцах Шарпи с V-образным надрезом снижалась на 26 дж ($2,6 \text{ кг}\cdot\text{м}$), а удлинение уменьшалось незначительно. Это изменение ударной вязкости было большим, чем в последующих исследованиях. Однако такое снижение ударной вязкости в стали значительно меньше по сравнению с уменьшением поглощенной энергии на 2 дж ($0,2 \text{ кг}\cdot\text{м}$) при увеличении предела текучести на 10 Мн/м^2 (1 кг/мм^2) в сталях с таким же уровнем прочности, достигнутым за счет выделения карбидных или интерметаллидных частиц.

Грэндж [1] показал, что в сталях, склонных к закалке (стали 8650, 4340 и 4310), после термической обработки, подобной термической обработке с быстрым нагревом в данной работе, зависимость изменения предела текучести от размера первичного аустенитного зерна на графике в координатах предел текучести — обратная величина корня квадратного из диаметра первичного аустенитного зерна является линейной (подобно уравнению Петча-Холла для размера ферритного зерна [2, 3]).

Кроме того, в каждой из исследованных сталей указанные прямолинейные зависимости имели одинаковый наклон. Это указывает на то, что увеличение предела текучести при данном уменьшении размера первичного аустенитного зерна не зависит от химического состава стали.

Через экспериментальные точки (рис. 5) можно провести прямую линию, однако более правильно эта зависимость от размера зерна представляется в виде двух прямых линий, причем одна из них относится к пластинам, нагретым со скоростями $1,4$ и 5 град/сек , а другая — к пластинам, нагретым со скоростью 9 град/сек . Раздвоение линий вначале казалось неожиданным, хотя микроструктурные исследования, о которых будет сказано позд-

нее, подтвердили правильность графической обработки результатов в виде двух различных линий.

Экспериментальные точки, соответствующие образцам, повергнутым двум циклам аустенизации со скоростью нагрева 5 град/сек, и образцу, нагретому со скоростью 9 град/сек за один цикл, не укладываются ни на

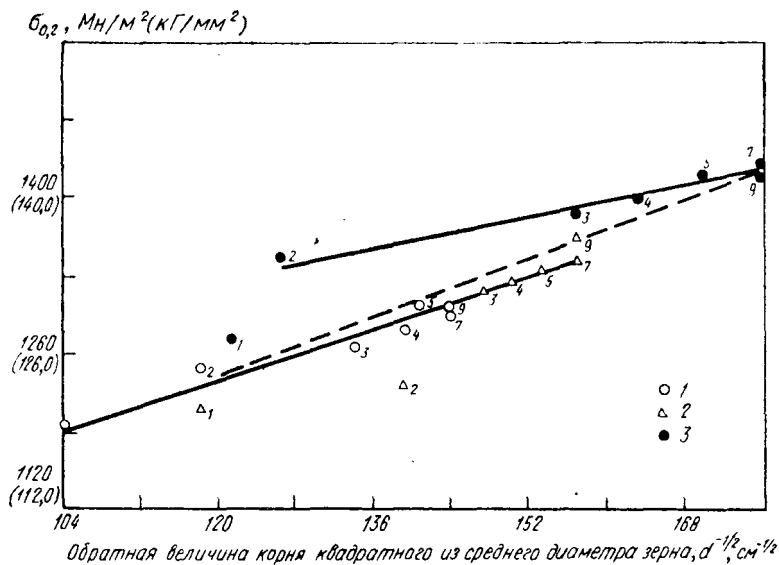


Рис. 5. Влияние диаметра первичного аустенитного зерна и скорости нагрева на предел текучести стали 5% Ni+Cr+Mo+V, подвергнутой термической обработке с быстрым нагревом. Скорость нагрева, град/сек:

1 — 1,4; 2 — 5; 3 — 9. Цифры у точек — количество циклов нагрева

верхнюю, ни на нижнюю прямые. Микроструктурные исследования этих образцов показали, что они имеют разнотернистую структуру, в результате чего определение среднего размера зерна будет давать лишь слабое приближение к эффективному диаметру зерна.

Влияние химического состава стали

Для изучения влияния химического состава стали при термической обработке с быстрым нагревом было проведено статистическое исследование на серии из 16 плавок раскисленной алюминием стали, содержание элементов

в которой изменялось в следующих пределах: 0,12—0,24% С; 3—9% Ni; 0,25—0,75% Cr; 0,25—0,75% Mo; 0,25—0,75% Mn. Для выяснения воспроизводимости результатов и изучения нелинейных эффектов дополни-

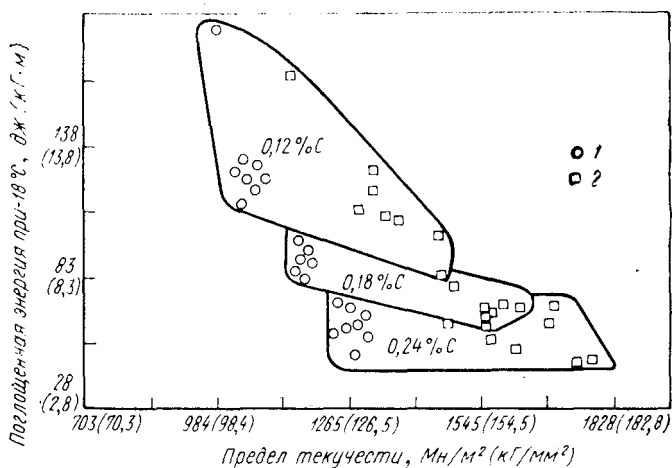


Рис. 6. Влияние термической обработки с быстрым нагревом на соотношение между пределом текучести и ударной вязкостью образцов Шарпи с V-образным надрезом в исследованных сталях Ni+Cr+Mo. Стали подвергали отпуску при 205° С:

1 — обычная термическая обработка; 2 — термическая обработка с быстрым нагревом, пять циклов

тельно было исследовано шесть плавок с номинальным составом (0,18% С; 0,50% Mn; 6% Ni; 0,5% Cr и 0,5% Mo).

Полученные результаты показали, что при заданном пределе текучести оптимальные значения ударной вязкости достигаются при минимальных содержаниях легирующих элементов в стали: марганца, никеля, хрома и молибдена. Как и следовало ожидать, уровень прочностных свойств в сталях после обычной термической обработки определяется главным образом содержанием углерода. Однако после пяти циклов быстрого нагрева со скоростью 11 град/сек до максимальной температуры, равной $A_3+11^\circ\text{C}$, и отпуска при 205° С предел текучести в стали с минимальным и максимальным содержанием углерода повышался на 420 Mn/m^2 (42 $\text{кГ}/\text{мм}^2$) и 490 Mn/m^2 (49 $\text{кГ}/\text{мм}^2$) соответственно по сравнению с

обычной термической обработкой (рис. 6). Снижение ударной вязкости в результате упрочнения после термической обработки с быстрым нагревом более значительно в стали с минимальным содержанием углерода по сравнению со сталью с максимальным его содержанием. Статистический анализ экспериментальных данных подтвердил правильность соотношения между прочностью и ударной вязкостью для стали оптимального состава (рис. 7). В данных опытах образцы имели исходную структуру прокатки. Образцы нагревались со ско-

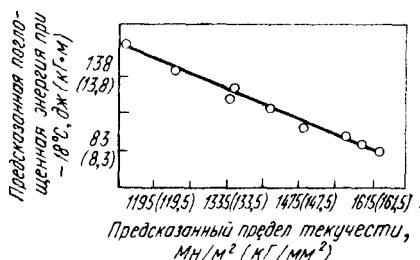


Рис. 7. Предсказанное оптимальное соотношение прочности — ударная вязкость для образцов Шарпи сталей Ni+Cr+Mo с V-образным надрезом, подвергнутых термической обработке с быстрым нагревом.

ростью 11 град/сек до максимальной температуры аустенизации $A_3+11^\circ\text{С}$, затем их подвергали отпуску при 205°С . Таким образом, можно считать, что после термической обработки с быстрым нагревом в сталях достигим предел текучести 1600 МН/М^2 (160 КГ/ММ^2) при значении работы поглощения на образцах Шарпи с V-образным надрезом при -18°С 83 Дж ($8,3 \text{ КГ}\cdot\text{М}$).

Эти исследования позволили изучить лишь небольшую часть возможного влияния химического состава стали. При уменьшении размеров аустенитных зерен проявляется очень сильная тенденция к их быстрому укрупнению. Можно ожидать, что элементы-ингибиторы роста зерна будут оказывать сильное влияние на степень измельчения зерна и рациональное использование таких ингибиторов, по-видимому, позволит получить сталь, измельчение зерна в которой будет достигаться в широком интервале скоростей и максимальных температур нагрева. В настоящее время проводят исследование влияния различных легирующих элементов на измельчение зерна в стали, и можно полагать, что будут найдены такие композиции сталей, в которых отпуск

можно проводить при температурах $>205^{\circ}\text{C}$ без опасения получить отношение $\sigma_{0,2}/\sigma_{\text{в}}$, близкое к 1. Рассмотрим один из таких химических составов стали, %: 0,24 C; 0,80 Mn; 0,006 P; 0,003 S; 0,26 Si; 8,94 Ni; 0,24 Cr; 0,26 Mo; 0,021 Al*. Сталь такого состава после отпуска при температуре более 205°C имеет $\sigma_{0,2}/\sigma_{\text{в}} \neq 1$. В табл. 3 приведены механические свойства стали указанного состава после печного и быстрого нагрева до температуры аустенизации и последующего отпуска при 538°C .

Таблица 3

Механические свойства стали

Термическая обработка	$\sigma_{0,2}$, Мн/м ² (кг/мм ²)	$\sigma_{\text{в}}$, Мн/м ² (кг/мм ²)	δ , % (на базе 25,4 мм)	ψ , %	Поглощенная энергия на образцах Шарпи с V-образным надрезом при -18°C Джс (кг·м)
Обычная* ¹	980 (98)	1125 (112,5)	18,0	63,1	97 (9,7)
Быстрый нагрев* ²	1240 (124)	1300 (130)	18,0	61,3	90 (9,0)

*¹ Нагрев до 760°C и закалка в воду, затем отпуск при 538°C в течение часа, охлаждение в воде.

*² Пять циклов нагрева со скоростью 11 град/сек до максимальной температуры 760°C и охлаждения в воде, затем отпуск в печи при 538°C в течение часа, охлаждение в воде.

Микроструктурные характеристики

Было изучено влияние режимов термической обработки с быстрым нагревом и различных исходных структур на конечную структуру и механические свойства стали.

Измельчение зерна

Различные стали в зависимости от их исходной микроструктуры, гомогенности, наличия или отсутствия в их химическом составе элементов, способствующих измельчению зерна, и ряда других факторов могут вести себя различно при термической обработке с быстрым

* Растворим в кислоте.

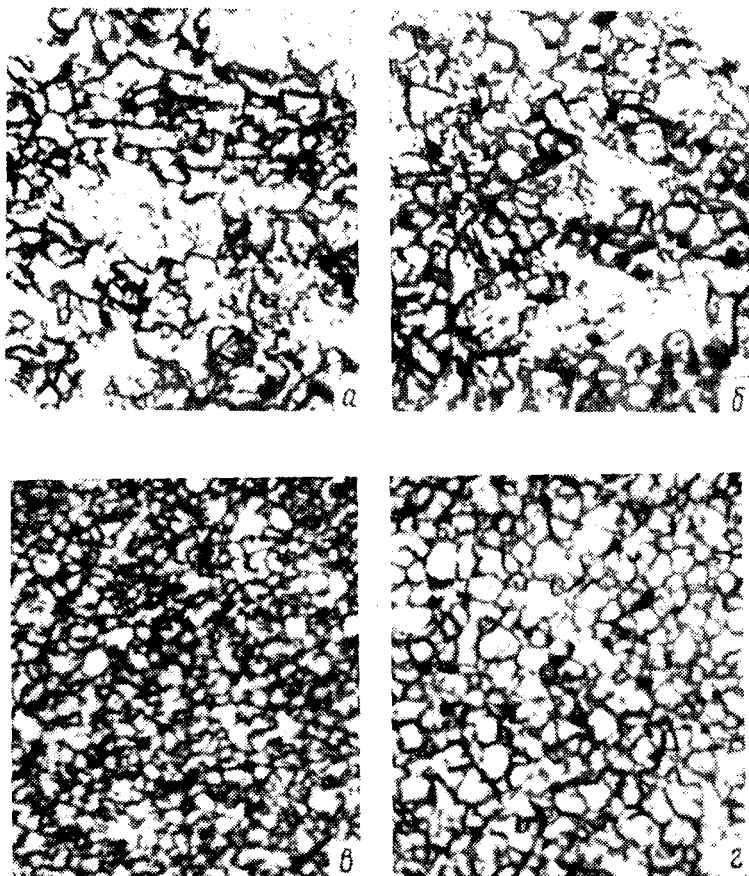


Рис. 8. Структура первичного зерна аустенита в сталях 5Ni+Cr+Mo+V, подвергнутых одному и пяти циклам термической обработки со скоростью нагрева 9 град/сек до максимальных температур аустенизации 774 и 843° С. Специальное травление в горячем растворе пикриновой кислоты [6]. $\times 1000$:

Рисун- ок	Обра- зец	Нагрев до темпе- ратуры, °С	Число цикл нагрева	Микроструктура	Балл зерна по ASTM
a	42	774	Один	Разнозернистая (50% круп- ного зерна +50% мелкого)	8—13
б	23	843	Один	Разнозернистая (40% круп- ного зерна + 60% мелкого зерна)	8—12
в	10	774	Пять	—	14,5
г	6	843	Пять	—	13,5

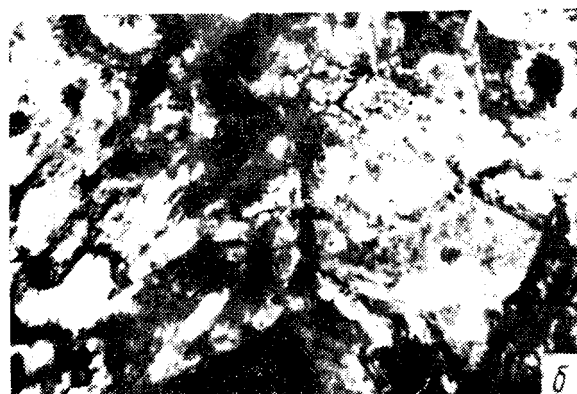
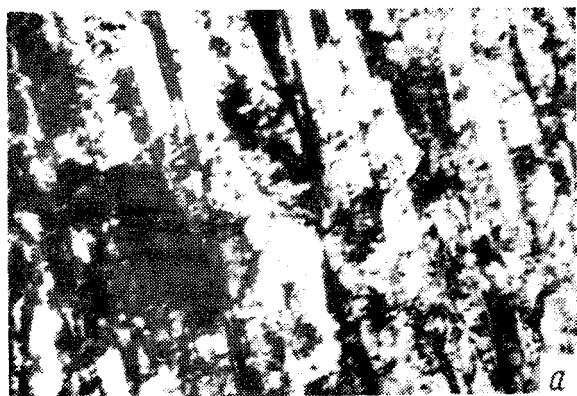
нагревом, однако поведение стали 5% Ni+Cr+Mo+V в этих условиях весьма показательно. На рис. 8, а показано, что после одного цикла быстрой аустенизации получается микроструктура с различным размером зерен аустенита, причем в одних областях происходит большее измельчение зерна, чем в других соседних областях. С увеличением числа циклов наблюдали измельчение зерна в тех областях, в которых оно было крупнее, и дальнейшее измельчение в областях с мелким зерном, полученным после первого цикла быстрого нагрева. На рис. 8, б показано, что после пяти циклов быстрого нагрева достигается довольно однородная структура со сверхмелким зерном, хотя в некоторых областях размер зерна был несколько меньше, чем в других.

Увеличение максимальной температуры нагрева вызывает уменьшение степени разнотерности структуры после одного цикла быстрой аустенизации, но увеличивает размер зерна в измельченных областях (рис. 8, б). После пяти циклов быстрой аустенизации при высокой максимальной температуре достигается более однородная по размеру зерна микроструктура, но она менее измельчена по сравнению с микроструктурой при более низкой максимальной температуре аустенизации.

Аналогичным образом влияет и уменьшение скорости нагрева. Объем областей с разнотерной микроструктурой при снижении скорости нагрева уменьшается и одновременно происходит укрупнение аустенитного зерна.

Дислокационная структура

Термическая обработка с быстрым нагревом вызывает существенные изменения в дислокационной субструктуре стали. После обычной печной термической обработки сталь 5% Ni+Cr+Mo+V имела «шпалерную» дислокационную субструктуру мартенсита. Характерные особенности такой микроструктуры, выявленные методом трансмиссионной электронной микроскопии, показаны на рис. 9, а. После пяти циклов быстрого нагрева со скоростью 9 град/сек плотность дислокаций остается очень высокой, но вместо областей со «шпалерной субструктурой» внутри первичного аустенитного зерна целые зерна или полигоны равномерно заполне-



ны дислокациями высокой плотности. Это указывает на то, что природа превращения при переходе аустенит-мартенсит в стали со сверхмелким зерном изменяется.

На рис. 9, б показано, что при скорости нагрева 5 град/сек даже после семи циклов быстрой аустенизации сохраняются обширные области со структурой шпалерного мартенсита. Образцы после такой термической обработки, а также образец, подвергнутый трем циклам быстрой аустенизации со скоростью 9 град/сек, имели примерно одинаковый средний размер зерна (при увеличении в 100 раз — 1425 зерен/см², балл зерна более 14), но разные значения предела текучести 1345 и 1385 Мн/мм² (134,5 и 138,5 кг/мм²). Поэтому на графике прочность — размер зерна (рис. 6) проведены две различные прямые. Микроструктурное исследование показало, что точки, лежащие на нижней прямой, соответствуют образцам со шпалерной субструктурой, а точки на верхней кривой — образцам с блочной субструктурой и высокой плотностью дислокаций.

Полагая, что изменения размера аустенитного зерна подчиняются тем же закономерностям, что и для ферритного зерна, можно использовать соотношение Пetcha-Холла ($\sigma_y = \sigma_1 + K_y d^{-1/2}$) для объяснения правомочности существования двух различных прямых линий, соответствующих образцам с различной микроструктурой. Данные для образцов с блочной субструктурой укладываются на прямую с верхним пересечением (соот-

Рис. 9. Микроструктуры, полученные с помощью электронной микроскопии тонких фольг на просвет, характеризующие субструктуру образцов в виде пластин толщиной 12,7 мм из стали 5% Ni+Cr+Mo+V после обычной термической обработки и термической обработки с быстрым нагревом до максимальной температуры аустенизации 770° С, ×25000. При репродукции увеличено в 100 раз

Рисунок	Термическая обработка	$\sigma_{в'}$ Мн/м ² (кг/мм ²)	Количество зерен на 1 см ²	v , град/сек
а	Обычная	1150 (115)	40	—
б	Семь циклов быстрой аустенизации	1350 (135)	1100	5
в	Три цикла быстрой аустенизации	1385 (138,5)	1100	9

ветствующим значению σ_1 в уравнении Петча — Холла) и меньшим наклоном (определяющим либо величину K_y в уравнении Петча-Холла, либо соотношение между аустенитным и ферритным зерном), а не на нижнюю кривую, соответствующую данным для образцов со шпалерной структурой. Верхнее пересечение можно объяснить тем, что напряжение трения при движении дислокаций через матрицу с блочной структурой выше, чем при движении дислокаций через матрицу со шпалерной структурой.

При скорости нагрева 9 град/сек границами ферритного зерна будут в основном границы первичных аустенитных зерен, а при более низких скоростях нагрева — границы узлов со шпалерной структурой мартенсита. Таким образом, можно ожидать, что число зерен феррита, образовавшихся в каждом первичном зерне аустенита, при низких скоростях нагрева будет больше, чем при скорости нагрева 9 град/сек . Этим можно объяснить больший наклон прямой, соответствующей образцам со шпалерной структурой при $v_{\text{нагр}} < 9 \text{ град/сек}$, по сравнению с прямой, соответствующей образцам с блочной структурой при $v_{\text{нагр}} = 9 \text{ град/сек}$. По-видимому, не следует ожидать заметного различия в напряжении, необходимом для распространения деформации от одного ферритного зерна к другому в каждом из этих случаев.

Поведение стали при отпуске

Электронномикроскопическое исследование образцов с помощью лаковых реплик после обычной термической обработки и термической обработки с быстрым нагревом подтвердило значительное различие в микроструктурах с высокими скоростями нагрева.

На рис. 10, а показана микроструктура стали 5% Ni+Cr+Mo+V после закалки. Специфическими особенностями такой микроструктуры является очень крупное зерно, игольчатый вид мартенсита и наличие карбидов внутри мартенситных областей, что указывает на протекание самоотпуска при охлаждении с температуры $M_{\text{ц}}$, которая в стали 5% Ni+Cr+Mo+V достаточно высокая. Микроструктура после термической обработки с быстрым нагревом показана на рис. 10, б и ее отличии-

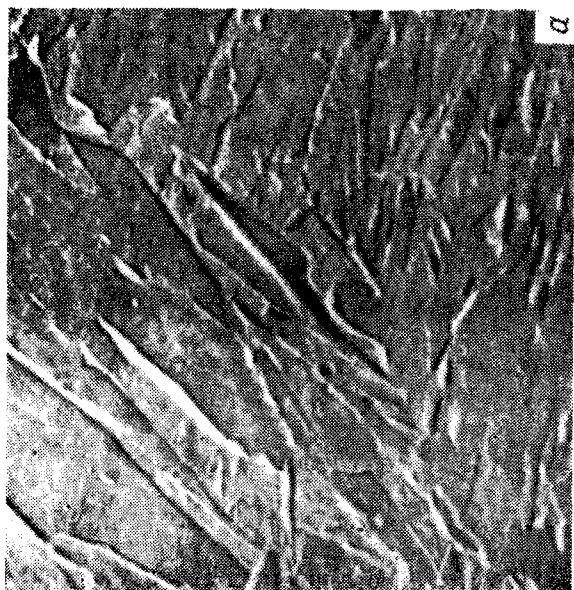


Рис. 10. Микроструктура стали 5 Ni+Cr+Mo+V после обычной термической обработки (закалки и отпуска при 205° С) и термической обработки с быстрым нагревом. Лаковые реплики, травление в пересыщенном растворе пикриновой кислоты, X12000:
а — после обычной термической обработки; б — после пяти циклов быстрого нагрева со скоростью 9 град/сек до температуры аустенизации 777° С. Отпуск при 205° С, 1 ч.

тельными признаками являются очень мелкое зерно первичного аустенита, отсутствие мартенситных игл внутри зерен и мелких карбидов, несмотря на то что образцы были отпущены при 205° С. Наличие грубых карбидных выделений в микроструктуре стали после быстрого нагрева можно объяснить неполным их растворением при температуре аустенизации.

Данные, полученные при электронномикроскопическом исследовании на лаковых репликах, хорошо согласуются с данными исследования, полученными на тонких фольгах на просвет, и служат доказательством того, что превращение аустенита со сверхмелким зерном происходит иначе, чем аустенита с крупным зерном. Хотя дислокационная структура образцов после превращения не будет иметь шпалерного характера, как у мартенсита после обычной термической обработки, все же считают, что превращение происходит, как мартенситное.

После отпуска микроструктура стали со сверхмелким зерном значительно отличается от микроструктуры после обычной термической обработки и отпуска. Мелкозернистая микроструктура более устойчива к отпуску как в процессе охлаждения с температуры закалки, так и в результате отпуска при 205° С. Такое различие в поведении при отпуске может быть обусловлено большой площадью границ зерен в сверхмелкозернистом материале и их способностью удерживать углерод в твердом растворе, затрудняя тем самым выделение карбидов, или же увеличенной плотностью дислокаций в матрице со сверхмелким зерном, что также должно тормозить процесс отпуска [4]. Вероятность последнего предположения подтверждается применимостью уравнения Пetcha-Холла, что указывает на высокое напряжение трения (высокие значения σ_i) в стали со сверхмелким зерном.

Исходная микроструктура

Работа, проведенная на стали 5% Ni+Cr+Mo+V, позволила установить влияние исходной микроструктуры на степень измельчения зерна при термической обработке с быстрым нагревом. Предпочтительной исходной структурой в этой стали была структура горячей прокатки (рис. 11). Такая структура характеризуется

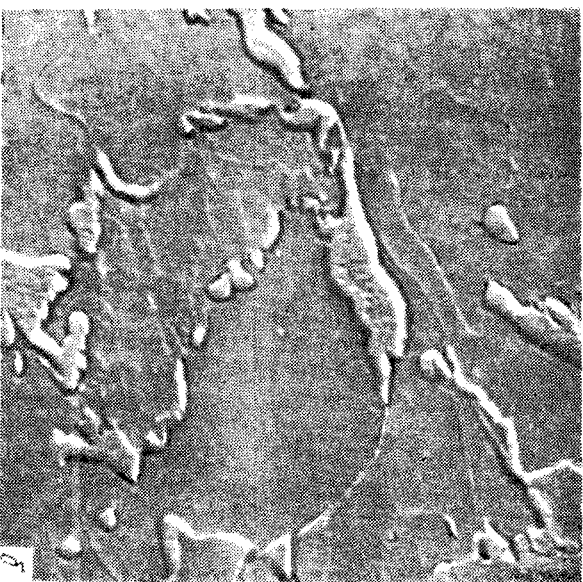


Рис. 11. Типичная микроструктура прокатки (оптимальная исходная структура при термической обработке с быстрым нагревом):
а — травление в пересыщенном растворе пикриновой кислоты, $\times 1000$; б — лаковая реплика, $\times 12000$

наличием бейнита с небольшими участками мартенсита самоотпуска. На рис. 11, а показано, что границы зерен феррита сильно декорированы карбидами. Спейч и Зеймай [5] установили, что аустенитное превращение при нагреве начинается обычно в местах пересечений карбидов с высокоугловыми границами ферритных зерен. Рост аустенитного зерна происходит затем быстро, аустенит окружает карбиды и аустенитные зерна растут до тех пор, пока они не начнут соприкасаться друг с другом. После их соприкосновения дальнейший рост зерна происходит с увеличением времени выдержки и повышением температуры.

Таким образом, при термической обработке с быстрым нагревом, когда рост зерна подавлен низкими температурами аустенизации и малыми выдержками, оптимальной исходной структурой будет микроструктура, обеспечивающая максимальную плотность карбидов на высокоугловых границах ферритных зерен. Очевидно, при нагреве мартенсита закалки выделение карбидов происходит внутри мартенситных зерен или на малоугловых границах ферритных зерен, вследствие чего не достигается оптимальная морфология карбидов, обуславливающая измельчение аустенитного зерна. Другие факторы, как, например, сегрегация структуры при горячей прокатке, могут ускорять зарождение аустенитных зерен и способствовать подавлению роста зерна после соприкосновения аустенитных зерен друг с другом и, следовательно, играют важную роль в получении оптимальной исходной структуры горячей прокатки.

Приведенные выше данные показали важное значение исходной микроструктуры стали при термической обработке с быстрым нагревом.

Практические применения

Масштабный фактор

В данной работе исследование проводили на пластинах размером 12,5×152×228 мм. Для их нагрева применяли индуктор. В работе Грэнджа использовали образцы малого размера, а их быстрый нагрев осуществляли погружением в соляную или свинцовую ванны.

Для проведения термической обработки с быстрым нагревом на пластинах толщиной от 12,5 до 76 мм была изготовлена специальная технологическая линия. Допускаемые размеры пластин при термической обработке с быстрым нагревом на такой установке следу-

ющие: ширина до 1,2 м; длина до 3 м и толщина до 38 мм. Увеличение толщины пластин, подвергнутых термической обработке, возможно при уменьшении их ширины, так чтобы площадь поперечного сечения не превышала 450 см².

Индукционному нагреву было отдано предпочтение по тем соображениям, что при его использовании подвод тепла внутрь изделия не будет зависеть только от теплопередачи с поверхности внутрь, как при обычном печном нагреве. Основным недостатком индукционного нагрева является то, что частота тока, обеспечивающая оптимальное проникновение тепла, будет изменяться с изменением толщины пластин. Поэтому, если в идеальных условиях требуется $f=50$ гц для пластин толщиной 76 мм, то для пластин толщиной 12,7 мм $f=10000$ гц. Однако проведение нагрева при $f=960$ гц обеспечивает компромиссное решение и позволяет достичь полезный интервал скоростей нагрева на пластинах требуемой толщины.

При индукционном нагреве должны быть обеспечены условия хорошей аустенизации и последующей закалки изделий. Для этого необходимо специальное приспособление, обеспечивающее эффективную закалку с индукционного нагрева и отсутствие коробления изделий в условиях непрерывного нагрева и охлаждения.

Поковки и заготовки малого размера можно нагревать полностью и закаливать. Основной проблемой, возникающей при быстром нагреве поковок, является обеспечение равномерного нагрева в сечениях разной толщины и формы. При термической обработке таких поковок требуются индукторы специальной формы, а в ряде случаев и использование тока со сложной программой изменения частоты.

Опыт работы на специально спроектированной линии термической обработки с индукционным нагревом показал, что основные технические трудности, связанные с размерами обрабатываемых изделий, могут быть решены и что термическая обработка с быстрым нагревом является практически реализуемым методом повышения прочности, снижения температуры перехода стали из вязкого состояния в хрупкое и улучшения состояния поверхности обрабатываемых пластин.

Прокаливаемость

Прокаливаемость стали снижается при измельчении зерна. Вследствие этого прокаливаемость сталей после термической обработки с быстрым нагревом может быть низкой. Так как размеры зерна в стали в результате такой обработки лежат ниже того интервала, для которого имеются данные по прокаливаемости, а характеристики превращения в сверхмелкозернистой стали отличаются от характеристик превращения в обычных сталях, то простая экстраполяция имеющихся данных по прокаливаемости в область сверхмелкого зерна нецелесообразна.

Грэндж показал [1], что использование методики торцевой закалки для определения влияния сверхмелкого аустенитного зерна на прокаливаемость стали 8640 может приводить к ошибочным оценкам, так как сталь со сверхмелким зерном при использовании этой методики имела более высокую прокаливаемость, чем крупнозернистая сталь. На рис. 12 показано, что твердость стали 8640 с разме-

ром зерна балла 13 по ASTM выше при использовании торцевой закалки, чем в той же стали с размером зерна балла 8,5 по ASTM. Эта аномалия обусловлена повышением прочности, а следовательно, и твердости в стали со сверхмелкозернистой микроструктурой. Лучшим способом оценки истинного эффекта измельчения зерна на прокаливаемость стали является построение кривой данных торцевой

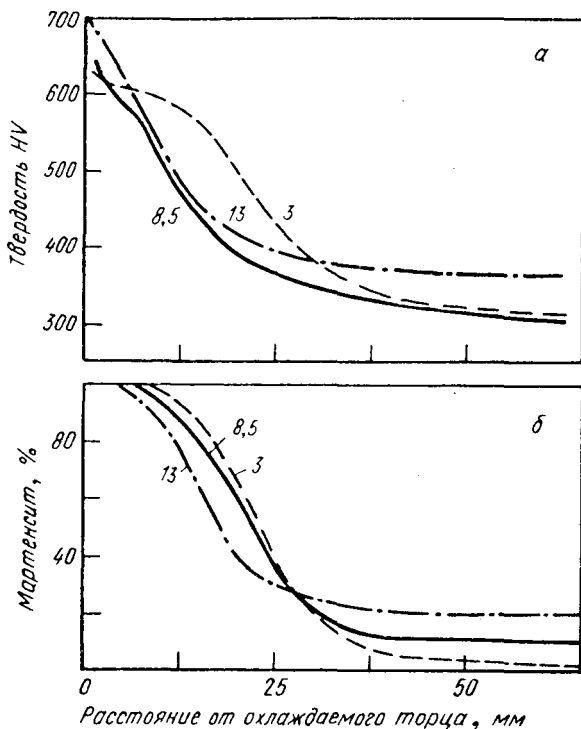


Рис. 12. Сравнение результатов прокаливаемости образцов стали 8640 диаметром 12,7 мм при использовании методики торцевой закалки (по Грэнджу [1]):

a — твердость *HV*; *b* — содержание мартенсита, %. Цифры у кривых — размер аустенитного зерна

закалки в функции процентного содержания мартенсита, а не в функции твердости. В этом случае аномалии не наблюдается.

Как показано Грэнджем, истинное влияние измельчения зерна на прокаливаемость стали 8640 проявляется при построении кривых изотермического превращения. Результаты, приведенные на рис. 13, указывают на то, что в стали со сверхмелким зерном увеличивается скорость превращения в феррит и перлит и лишь незначительно изменяется скорость превращения в бейнитной (трооститной) облас-

ти. Температура точки M_H несколько снижается. Таким образом, влияние сверхмелкого зерна на прокаливаемость может значительно снизить эффективность данного способа упрочнения.

Термическая обработка с быстрым нагревом сталей, имеющих низкую прокаливаемость, показала, что измельчение зерна на легко достижимо, а получение при этом большого количества продуктов превращения с низкой прочностью по сравнению с обычной терми-

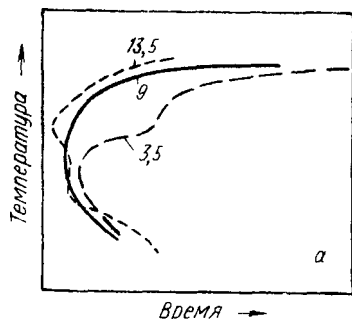
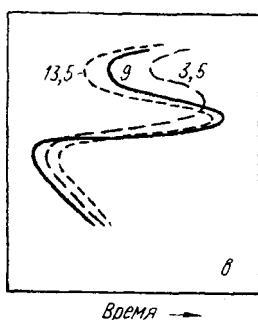
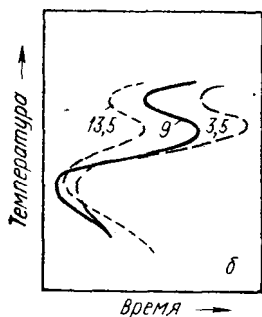


Рис. 13. Влияние сверхмелкого аустенитного зерна на характеристики изотермического превращения в стали 8640 (по Грэнджу [2]):

а—начало превращения; б—50% превращения; в—полное превращение. Цифры у кривых — размер аустенитного зерна, балл ASTM



ческой обработкой компенсируется увеличением прочности, обусловленным измельчением зерна. Результирующим эффектом является слабое повышение прочности или отсутствие упрочнения в стали по сравнению с обычной термической обработкой, хотя порог хладноломкости значительно снижается и сталь при такой обработке подвергается меньшему обезуглероживанию и окислению.

Свариваемость

Во многих конструкциях необходима сварка пластин, поковок и других деталей. Следует ожидать, что сварка сталей после термической обработки с быстрым нагревом будет вызывать определенные трудности, обусловленные тем, что при сварке происходит рост зерна в зоне термического влияния (околошовной зоне) и свойства металла шва будут ухудшены по сравнению со свойствами основного металла. Проводимые в настоящее время исследования позво-

ляют считать, что рост зерна в околошовной зоне можно контролировать, а тенденцию к росту зерна можно уменьшить с помощью модификации состава стали.

Одним из перспективных видов сварки является электроннолучевая сварка, позволяющая уменьшить до минимума протяженность околошовной зоны и ширину сварного шва. Другое преимущество этого метода сварки заключается в том, что нет необходимости в присадочном материале. Механические свойства сварных соединений, выполненных электроннолучевой сваркой на пластинах из стали 5% Ni+Cr+Mo+V толщиной 12,7 мм, предварительно подвергнутых термической обработке с быстрым нагревом, приведено в табл. 4. Отметим, что прочность металла шва примерно равна прочности основного металла, а ударная вязкость металла шва и околошовной зоны несколько ниже, чем у основного металла после указанной обработки, но все еще остается достаточно высокой¹.

Таблица 4

Механические свойства сварных швов пластин толщиной 12,7 мм, полученных электроннолучевой сваркой и подвергнутых предварительно термической обработке с быстрым нагревом

Свариваемый материал	$\sigma_{0,2}$, Мн/м ² кг/мм ²	σ_B , Мн/м ² (кг/мм ²)	δ , % на базе 25,4 мм	ψ , %	Поглощенная энергия на образцах Шарпи с V-образным надрезом при -18° С дж (кг·м)
Пластина А* ¹	1425 (142,5)	1480 (148,0)	16,0	67,2	87* ⁴ (8,7)
Пластина В* ²	1370 (137,0)	1445 (144,5)	15,8	61,0	76 (7,6) — околошовная зона
Сварной шов* ³	1335 (133,5)	1420 (142,0)	9,5+	48,5	54 (5,4) — околошовная зона 75* ⁴ (7,5) — металл шва

*¹ Среднее значение испытаний двух стандартных разрывных образцов диаметром 64 мм.

*² Среднее значение.

*³ Удлинение на базе 50,8 мм; образец вырезали поперек шва.

*⁴ Среднее значение испытаний трех образцов.

На рис. 14 приведены микроструктуры сварного соединения из стали 5Ni+Cr+Mo+V, выполненного электроннолучевой сваркой, от центральной линии металла шва до зоны основного металла со сверхмелким зерном. Пластины перед сваркой были подвергнуты термической обработке с быстрым нагревом. Последующее травле-

¹ Работа разрушения на образцах Шарпи с V-образным надрезом при -18° С лежит в интервале 54—76 дж (5,4—7,6 кг·м).

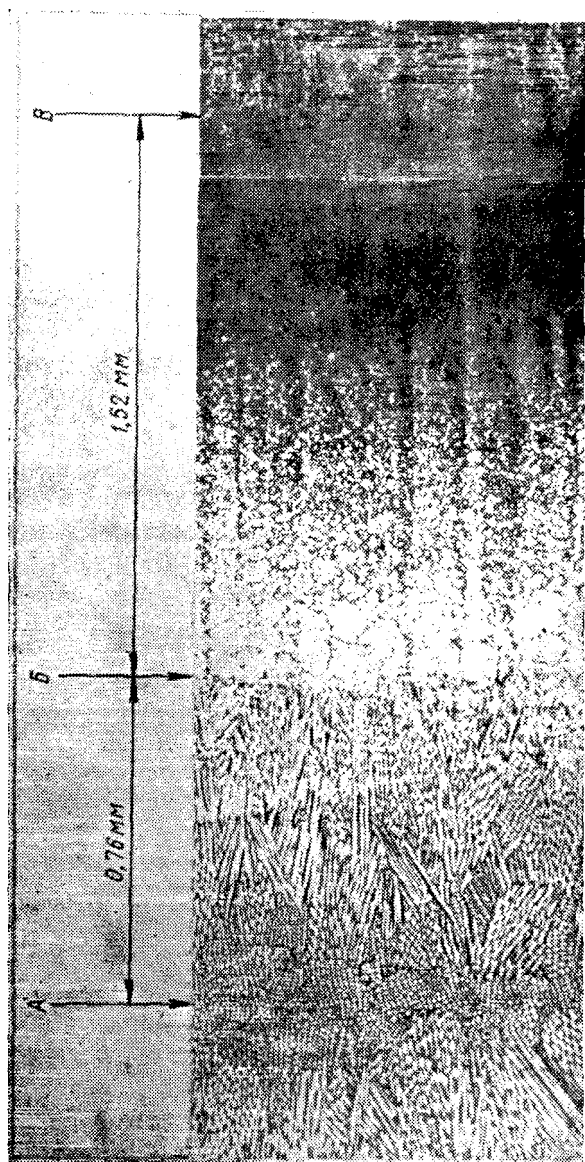


Рис. 14. Микроструктура сварного шва стали 5% Ni+Cr+Mo+V. Электроннолучевая сварка пластин:
А — центральная линия металла шва; В — граница околошовной зоны; В — граница основного металла

ние осуществляли в растворе пикриновой кислоты. Расстояние от центра шва до границы околошовной зоны равно 0,76 мм, а расстояние от границы околошовной зоны до зоны основного металла 1,52 мм. Малая протяженность этих областей и ограничения, касающиеся основного металла, должны уменьшить влияние микроструктур металла шва и околошовной зоны при проведении сварки.

Таким образом, сверхмелкое зерно в сталях (балл 14 и мельче по шкале ASTM) можно получать в результате проведения многократных циклов быстрая аустенизация—закалка (термическая обработка с быстрым нагревом). Стали со сверхмелким зерном имеют более высокие значения предела текучести и предела прочности при незначительном снижении пластичности по сравнению со свойствами после обычной термической обработки, а также более низкую температуру перехода из вязкого состояния в хрупкое.

Исследование, проведенное на стали 5% Ni+Cr+Mo+V, показало, что различные факторы оказывают значительное влияние на степень измельчения зерна при термической обработке с быстрым нагревом. Этими факторами являются: 1) исходная микроструктура; 2) скорость нагрева; 3) максимальная температура аустенизации; 4) продолжительность выдержки при максимальной температуре аустенизации; 5) число циклов быстрой аустенизации.

Предварительное изучение влияния легирующих элементов в сталях типа Ni+Cr+Mo показало, что для достижения максимального измельчения зерна содержание легирующих элементов — марганца, никеля, хрома и молибдена — необходимо поддерживать на минимальном уровне с точки зрения прокаливаемости, а содержание углерода следует установить таким, чтобы оно обеспечивало желаемую прочность. Легирование стали элементами, способствующими измельчению зерна, изучают для получения широкого интервала скоростей нагрева и максимальных температур аустенизации, внутри которого может быть достигнуто оптимальное измельчение зерна.

Металлографическим исследованием установлено, что после одного цикла термической обработки с быстрым нагревом наблюдается большее измельчение зерна в одних областях по сравнению с другими. С помощью дополнительных циклов микроструктура измельчается равномерно во всех областях. Дислокационная структу-

ра и субструктура, а также поведение при отпуске стали 5% Ni+Cr+Mo+V, подвергнутой термической обработке с высокими скоростями нагрева, значительно отличаются от соответствующих характеристик после обычной термической обработки или от характеристик стали, быстро нагретых с малыми скоростями нагрева. В микроструктуре сверхмелкозернистой стали не наблюдается игольчатого мартенсита со шпалерной субструктурой, типичной для стали 5% Ni+Cr+Mo+V после обычного нагрева; при отпуске карбидное выделение в сверхмелкозернистой стали затруднено по сравнению со сталью с обычным размером зерна. Исходная микроструктура с выделениями карбидов на границах ферритного зерна оказалась наиболее благоприятной в отношении оптимального измельчения при термической обработке с быстрым нагревом.

Исследования, проведенные на специально спроектированной технологической линии, позволяют сделать заключение о том, что проведение термической обработки с быстрым нагревом возможно на натуральных изделиях при использовании индукционного нагрева. При нагреве больших сечений следует учитывать уменьшение прокаливаемости в результате измельчения зерна.

Для практического использования сталей со сверхмелкозернистой структурой необходимо разработать методы сварки, позволяющие сохранять преимущества термической обработки с быстрым нагревом.

В заключение следует отметить, что регулирование размера зерна с помощью термоциклирования является уникальным и практически осуществимым способом повышения прочности без значительного уменьшения пластичности, снижения температуры порога хладноломкости при улучшении качества поверхности пластин, поковок и других деталей.

Список литературы

1. Grange R. A. Trans. ASM, 1966, v. 59, p. 26.
2. Hall E. O. Proceedings of the Phys. Soc., 1951, v. B64, p. 747.
3. Petch N. J. JISI, 1953, v. 174, p. 25.
4. Wilson D. V. Acta Met., 1957, v. 5, p. 293.
5. Speich G. R., Sziirmae A. Trans. Met. Soc. AIME, 1969, v. 245, p. 1063.
6. Dreyer G. A. a. o. Metal Progress, 1964, v. 86, p. 116.

Р. Х. КЕЙН, Н. Дж. ГРАНТ

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ ЗЕРНА

В работе сделана попытка изучить взаимосвязь процессов рекристаллизации с параметрами деформации: температурой, степенью и скоростью деформации, а также с продолжительностью вы-

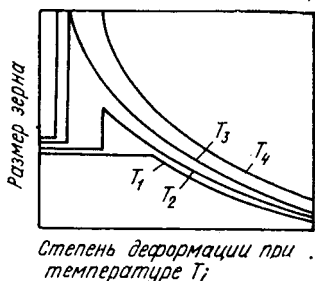


Рис. 1. Диаграмма рекристаллизации, характеризующая зависимость размера зерна от степени холодной деформации и иллюстрирующая области возврата, сильного роста зерна, укрупнения зерна и измельчения

держки между циклами деформации и определить условия, обуславливающие получение мелкозернистой микроструктуры после горячей деформации.

При изучении указанных факторов были достигнуты определенные положительные результаты.

При исследовании была использована диаграмма рекристаллизации Ханеманна [1] (рис. 1), устанавливающая зависимость размера рекристаллизованного зерна от степени холодной деформации или запасенной в течение деформации энергии. В тех случаях, когда динамический возврат происходит одновременно с рекристаллизацией, запасенная энергия не будет равна нулю при достаточно больших скоростях деформации и вследствие этого величина деформации не будет одинаковой во всех экспериментах.

В качестве материала для исследования было выбрано чистое железо, так как поведение его близко к поведению сталей и в то же время не возникает трудностей, обусловленных влиянием легирующих элементов; кроме того, α и γ -модификации железа значительно различаются по горячей деформируемости [2].

Поведение железа марки «Ферровак Е» вакуумной плавки чистой 99,9%, содержащего 0,007% С, изучено в литом, а также деформированном состояниях. Предварительные испытания на ползучесть проведены для α - и γ -железа в широком интервале температур и скоростей деформации (от 10^{-4} до 40 сек^{-1}). Полученные результаты были использованы для определения склонности к меж- и транскристаллитному разрушению и оценки скоростей динамическо-

го возврата. Это позволило выбрать необходимые значения деформации и скоростей деформации при каждой температуре испытаний и поддерживать заданные условия, обеспечивающие протекание рекристаллизации и измельчение зерна, при испытаниях со ступенчатой деформацией или, наоборот, определить условия, препятствующие измельчению зерна.

Методика испытаний

Горячедеформированные прутки железа марки «Ферровак Е» с размером зерна 0,15 мм отжигали в водороде при 870°С в течение 5 ч для получения стабильного размера зерна 1,1 мм, что позволило избежать дальнейшего роста зерна при нагреве до заданных температур при испытаниях в α -области. Образцы с литой структурой получали по следующей методике.

Слиток разрезали и затем одну часть образцов вырезали из центральной зоны слитка с плотной и равноосной структурой, а другую — с края слитка, где литой металл имел столбчатую структуру с размером зерна около 1 мм в диаметре и длиной 3—5 мм. Образцы имели резьбовую головку, диаметр образца составлял 6,35 мм, а длина рабочей части 25,4 мм.

Образцы испытывали на растяжение с записью кривой нагрузка—удлинение или на ползучесть. В последнем случае испытания проводили на машине Немлаба с высокими скоростями деформации. Для имитации циклов деформации при горячей обработке использовали механический прерыватель в цепи образца, обеспечивающий заданный прирост деформации около 1%. Минимальная продолжительность выдержки между каждым циклом деформации, необходимая для протекания рекристаллизации после горячей деформации, составляла 1 мин. На рис. 2 приведены типичные кривые ползучести и кривые растяжения для горячедеформированных образцов железа с ферритной структурой. Испытания на растяжение проводили для изучения влияния скорости нагружения и жесткости машины на характер кривых растяжения. Следует указать, что при высоких температурах и скоростях деформации происходит деформационное упрочнение железа (рис. 2, б).

Методика испытаний на ползучесть с высокими скоростями деформации имеет определенные преимущества перед другими видами испытаний, имитирующими условия горячей обработки, например испытаниями на горячее кручение. При ее использовании достигается равномерность деформации по сечению образца, постоянство напряжения и скорости деформации и возможен точный контроль деформации без применения сложных электромеханических приборов. Определенные трудности возникли в результате использования для нагрева образцов с ферритной структурой печи сопротивления с защитной атмосферой, что затрудняло возможность быстрой закалки образцов после испытаний.

После определения условий испытаний, позволяющих избежать образования шейки и межкристаллитного разрушения, испытания проводили с возрастающей деформацией или циклами и доводили образцы до разрыва. При расчетах нагрузки, соответствующей каждому приросту деформации, для обеспечения постоянного начального напряжения образцов считали, что образец деформируется

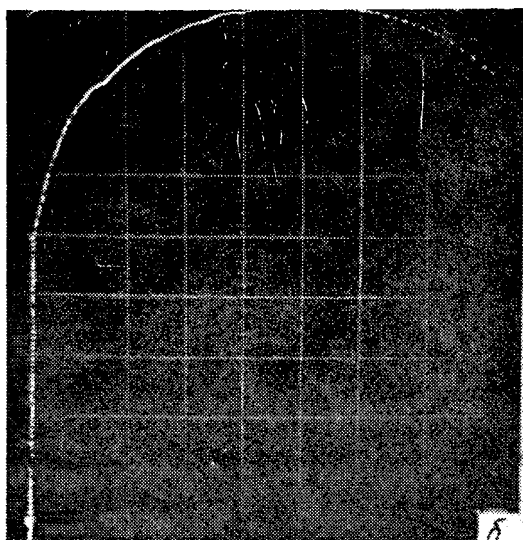
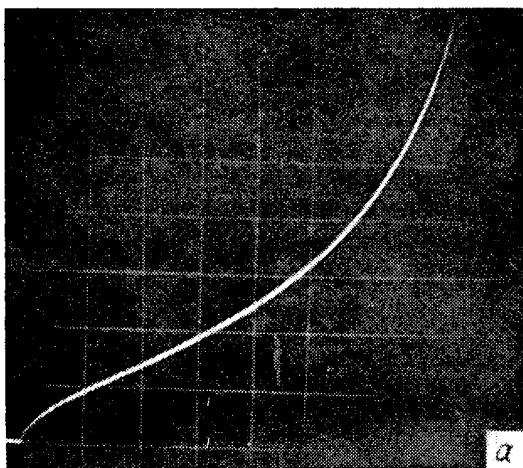


Рис. 2. Кривая ползучести (а) и кривая растяжения (б) образцов железа «Ферровак Е»

Рисунок	$t, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{\text{в}},$ Мн/м^2 (кг/мм^2)	$x,$ сек/деление	$y,$ мм/деление
а	871	20 (2)	0,1	3,4
б	816	—	1,65	5,1

равномерно, т. е. без образования шейки. Хотя такое допущение не всегда справедливо, оно было весьма приемлемым, особенно при числе циклов деформации менее 5. Для характеристик ступенчатой деформации использовали константу деформирования (перемещение ползуна машины на постоянную длину за цикл) и константу деформации (действительное удлинение образца за цикл).

Результаты испытаний

Так как результаты испытаний на ползучесть и данные о пластичности α - и γ -железа при высоких скоростях деформации будут опубликованы позднее, рассмотрим некоторые особенности деформационного поведения. Как показано в данной работе, а также другими исследователями [2—4], чистое α -железо очень пластично. Его пластичность мало изменяется с изменением скорости деформации, а сопротивление межкристаллитному разрушению вероятно равно 100%. К тому же эксперименты по релаксации напряжений показали высокие скорости динамического возврата. Это качественно подтверждено тем, что при всех скоростях деформации (но особенно при максимальных), когда время нагружения становится важным фактором, образцы α -железа имели все три стадии ползучести, тогда как для γ -желе-

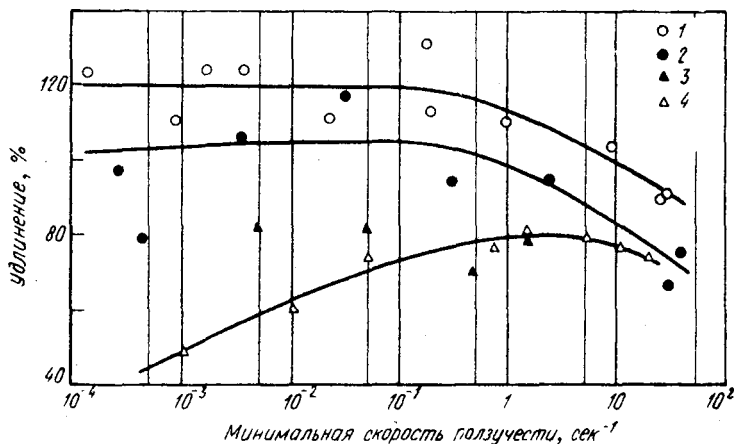


Рис. 3. Зависимость удлинения горячедеформированного железа «Ферровак Е» с ферритной структурой от минимальной скорости ползучести при разных температурах испытаний, °С

1 — 871; 2 — 816; 3 — 732 (крупное зерно); 4 — 732 (мелкое зерно)

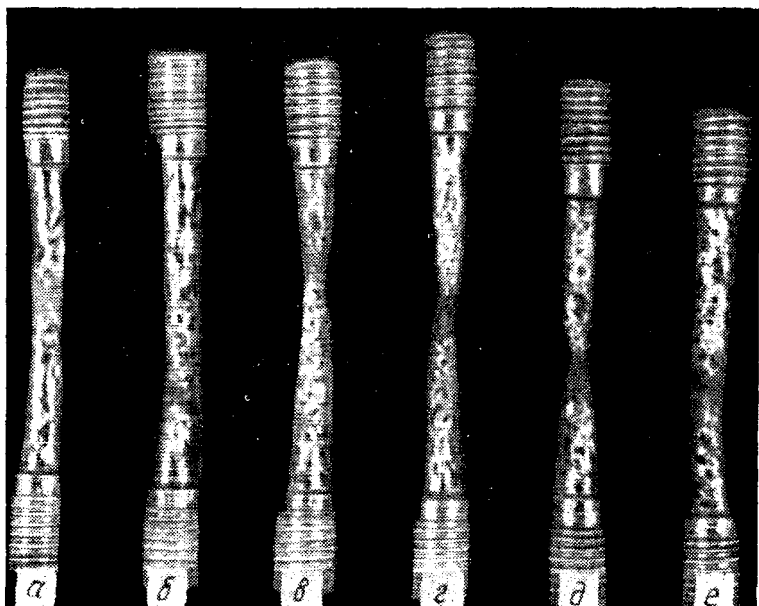


Рис. 4. Внешний вид образцов горячедеформированного железа с крупнозернистой структурой после испытаний при 871° С до разрушения

Рисунок	σ , Мн/м^2 (кг/мм^2)	δ , %	Рисунок	σ , Мн/м^2 (кг/мм^2)	δ , %
а	9,84 (0,984)	88	г	20,40 (2,040)	134
б	9,84 (0,984)	100	д	39,37 (3,937)	80
в	16,87 (1,687)	95	е	50,62 (5,062)	82

за первая (неустановившаяся) стадия ползучести отсутствовала при скоростях деформации более $0,1 \text{ сек}^{-1}$.

Следует указать, что под скоростью деформации в дальнейшем подразумевается средняя минимальная скорость ползучести после приложения нагрузки. При испытаниях со ступенчатой деформацией, при которых приращение деформации мало, а скорость деформации высока, под скоростью деформации понимают среднюю скорость растяжения, измеренную в течение нагружения (время испытаний превышает время нагружения, которое составляло менее 20 мсек).

На рис. 3 приведена температурная зависимость пластичности α -железа, а также зависимость пластичности от скорости деформации, а на рис. 4 приведены фотографии образцов, деформированных при 871°C до разрыва. На рис. 5 и 6 приведены результаты испытаний для образцов γ -железа. Все образцы были доведены до полного разрушения. В противоположность α -железу

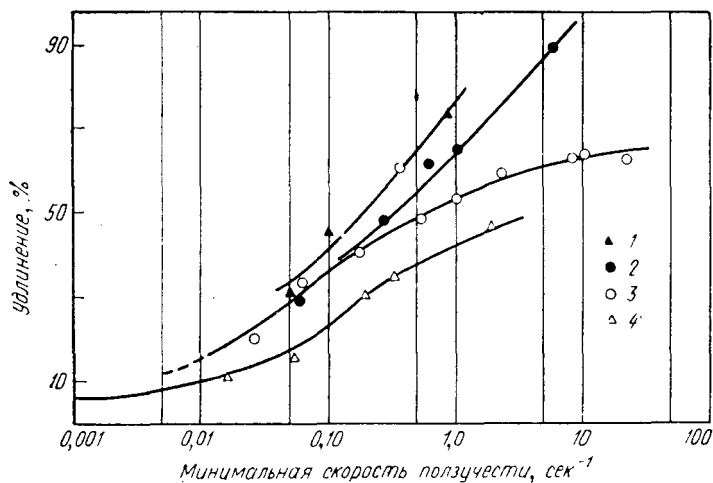


Рис. 5. Зависимость удлинения горячедеформированных образцов железа «Ферровак Е» с аустенитной структурой от минимальной скорости ползучести при испытаниях до разрушения. Температура, $^\circ\text{C}$:

1 — 1095; 2 — 1038; 3 — 982; 4 — 940

пластичность γ -железа была довольно низкой, особенно при малых скоростях деформации, и сильно чувствительна к скорости деформации. γ -железо прочнее, чем α -железо, и имеет более высокое сопротивление ползучести. Так, прочность γ -железа при 980°C выше, чем у α -железа при 800°C .

Анализ кривых ползучести образцов α -железа, доведенных до разрушения, показал, что шейка образуется при деформациях >5 мм. При больших скоростях деформации достигаются значительные равномерные удлинения за время нагружения 20 мсек. Величина равномерного удлинения остается постоянной при изменении скорости деформации до 1 сек⁻¹, затем линейно возрастает с увеличением скорости деформации до значения

удлинения образца около 10 мм. Не отмечали межкристаллитного разрушения образцов в интервале температур испытаний от 732° С до температуры α - γ -превращения при всех скоростях деформации.

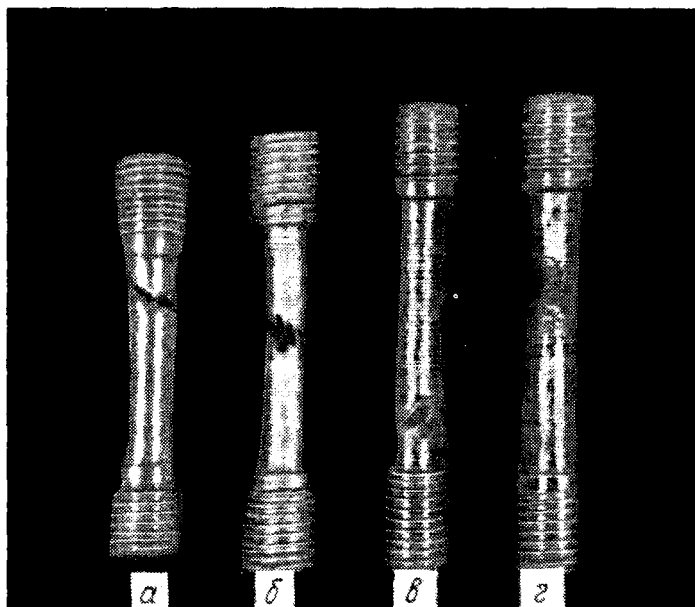


Рис. 6. Внешний вид горячедеформированных образцов железа «Ферровак Е» с аустенитной структурой после испытаний на ползучесть до разрушения при 982° С

Рисунок	σ , Мн/м ² (кг/мм ²)	δ , %	Рисунок	σ , Мн/м ² (кг/мм ²)	δ , %
а	52,52 (5,252)	6	в	97,7 (9,770)	52
б	66,09 (6,609)	41	г	118,8 (11,880)	62,4

Начало нестабильного удлинения в аустените определяется межзерненным разрушением при низких скоростях деформации и образованием шейки и межзерненным разрушением — при высоких скоростях деформации. Типичные осциллограммы испытаний на ползучесть

приведены на рис. 7. Эти данные показывают отсутствие первой стадии ползучести и нечувствительность удлинения к скорости деформации. Даже при максимальных скоростях деформации межзеренное разрушение

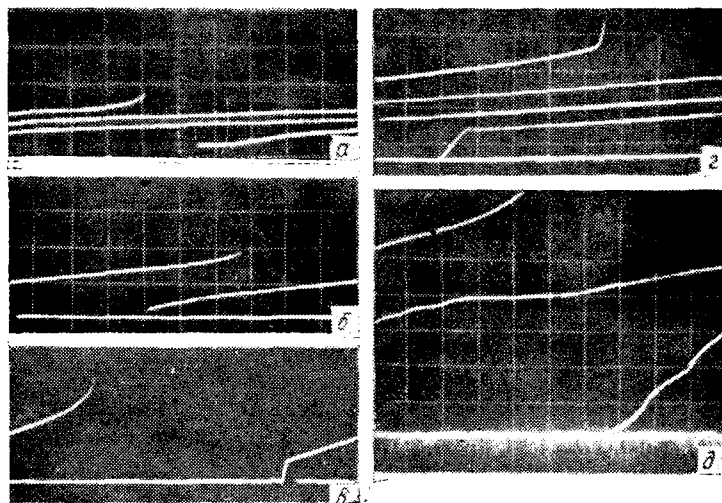


Рис. 7. Типичные кривые ползучести образцов железа «Ферровах Е» при 940° С

Рисунок	σ , Мн/м ² (кг/мм ²)	Время до разрушения, сек	Минимальная скорость ползучести, сек ⁻¹
а	25,87 (2,587)	185	$9,24 \cdot 10^{-4}$
б	56,25 (5,625)	2,7	$5,6 \cdot 10^{-2}$
в	68,54 (6,854)	0,82	0,21
г	80,84 (8,084)	0,74	0,31
д	108,26 (10,826)	0,09	2,1

наблюдалось при деформациях, соответствующих установившейся стадии ползучести. Поэтому деформация при ступенчатых испытаниях была ограничена максимальным значением 6,25 мм в интервале нагружения. Величина равномерного удлинения при нагружении превышала 12,5 мм, но при этом отмечали интенсивное распространение трещин.

Если размер исходного зерна не влиял на пластичность феррита, то термоциклирование через температуру превращения приводило к трехкратному увеличению удлинения при низких скоростях деформации. Однако межзеренное разрушение в этом случае было более интенсивным.

При использовании методики ступенчатой деформации допускали, что материал имеет одинаковые характеристики деформации и рекристаллизации в каждом цикле деформации, даже если он будет подвергаться структурным изменениям. Это не соответствует действительности, но вследствие того, что структурное состояние материала в таком динамическом процессе известно не в полной мере, считали, что нарастание деформации за цикл, начальное напряжение и продолжительность выдержки были постоянными в течение каждого цикла испытаний.

Обычный возврат в процессе выдержки между циклами деформации не должен приводить к увеличению пластичности, а наоборот, должен вызывать ее снижение до более низких значений, чем при испытаниях на ползучесть. Однако более высокий коэффициент деформационного упрочнения вследствие образования новых мелких рекристаллизованных зерен обуславливает задержку появления локализованной шейки, и на стадии образования шейки большие значения деформации и скорости деформации будут способствовать образованию мелкозернистой рекристаллизованной структуры (см. рис. 1), что в свою очередь приведет к стабилизации сечения шейки при последующих циклах деформации. Наличие нескольких малых шеек по длине образца неоднократно наблюдали при испытаниях.

Поскольку предварительное нагружение необходимо для того, чтобы избежать переменной нагрузки при высоких скоростях деформации, была определена точка, соответствующая достаточно малому поперечному сечению при низкой скорости ползучести в течение предварительного нагружения, вызывающая появление шейки, межкристаллитное разрушение и разрыв образцов. Эта точка соответствует приблизительно 250—300%-ному удлинению в γ -железе и ее можно рассматривать как максимальное значение деформации при таких условиях испытаний.

Ступенчатая деформация

Горячедеформированное α -железо

Металлографическое исследование образцов α -железа, испытанных до полного разрыва, позволило установить, что рекристаллизация происходит только вблизи зоны разрушения, что указывает на необходимость очень высокой деформации и скоростей деформации для обеспечения движущей силы рекристаллизации. Поэтому неудивительно, что в горячедеформированном железе рекристаллизация не происходила при ступенчатой деформации в интервале 2,5—10 мм и максимальных скоростях деформации при температурах испытаний от 732 до 871°С. Некоторая миграция границ зерен, обуславливающая слабое изменение размера зерна, выявлена при микроскопическом исследовании поверхности образцов в процессе испытаний. При ступенчатой деформации удлинения достигали примерно 100%, и эти значения несколько меньше, чем при испытаниях на ползучесть. В горячедеформированном α -железе в гомогенизированном состоянии, по-видимому, не имеется закрепленных дислокаций и, как следствие, нет запасенной энергии, что препятствует протеканию рекристаллизации. Рассеяние запасенной энергии происходит при возврате, о чем свидетельствует миграция границ зерен.

Литое α -железо

Образцы для исследования вырезали из центральной части слитка и с его края и не подвергали какой-либо термической обработке. Образцы, вырезанные из центральной части слитка, имели довольно равноосную структуру (средний диаметр зерна составлял 3—5 мм) и не были склонны к рекристаллизации после одного или более циклов деформации. Суммарное удлинение образцов при ступенчатом растяжении — порядка 50—90%. В образцах, вырезанных с края слитка, рекристаллизация происходила уже при довольно низких степенях деформации. На рис. 8 показан внешний вид четырех образцов после ступенчатой деформации. Первый образец вырезан из центра слитка и испытан до разрушения при ступенчатых испытаниях на растяже-

ние. Следующие три образца вырезали с края слитка и подвергали одному, двум и трем циклам деформации при температуре испытания 816°C , скорости деформации 2 сек^{-1} по $5,08\text{ мм}$ за цикл. Продолжительность выдержки между циклами и после последнего цикла была

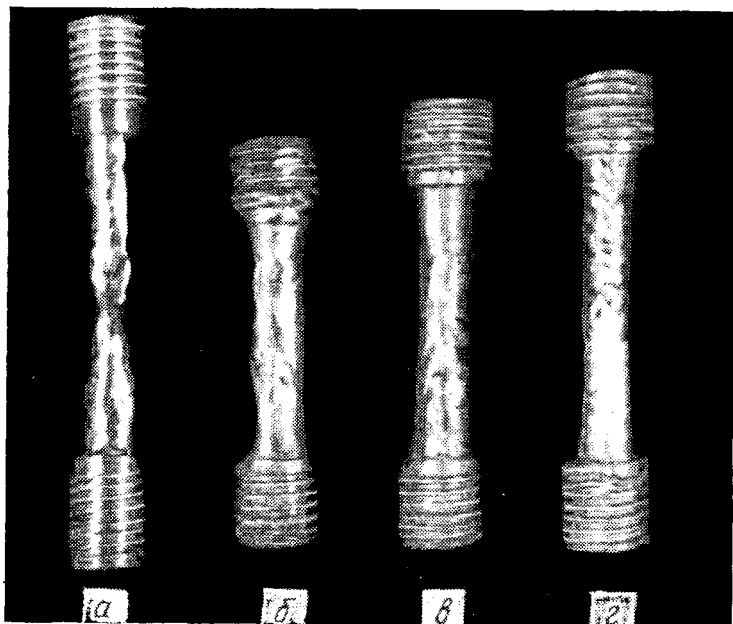


Рис. 8. Литые образцы железа «Ферровак Е» с ферритной структурой, подвергнутые ступенчатой деформации при 816°C :

а — образец вырезан из центральной части слитка, не рекристаллизован;
б—г — образцы вырезаны из края слитка, постепенное измельчение зерна после ступенчатой деформации на $5,1\text{ мм}$ в каждом цикле. После трех циклов деформации образец полностью рекристаллизован

равна 10 мин . После третьего цикла деформации рекристаллизация происходила полностью и не оставалось следов исходной литой крупнозернистой структуры. Такое же поведение выявляли образцы, деформированные со средней скоростью 40 сек^{-1} , диаметр конечного зерна в которых составлял $\sim 0,5\text{ мм}$.

Установлено, что после частичного измельчения структуры литого слитка дальнейшая рекристаллизация затруднена и общее удлинение образцов в литом и го-

рячедеформированном состоянии после ступенчатой деформации примерно равны.

В образцах α -железа с литой структурой рекристаллизация не происходила при ступенчатой деформации со скоростями $< 0,5 \text{ сек}^{-1}$, а удлинение в этом случае было равно примерно 80%. Для сравнения напомним, что образец с литой структурой, вырезанный с края слитка, после трех циклов деформации со скоростью $\sim 2 \text{ сек}^{-1}$ при 816°C имел удлинение порядка 150%, а размер зерна после испытаний составлял 0,7 мм.

Образцы α -железа с литой столбчатой структурой отличаются в основном способностью сохранять накопленную энергию при испытаниях при 816°C и больших скоростях деформации. В этих образцах первоначально происходит измельчение и гомогенизация структуры. Гомогенизация обуславливает снижение уровня запасенной энергии, и при 816°C дальнейшего измельчения зерна не происходит.

γ -железо. Испытания образцов γ -железа проводили при 940, 982 и 1010°C . Более высокие температуры испытаний не использовали ввиду: 1) трудности поддержания большой зоны равномерного нагрева; 2) больших скоростей окисления образцов; 3) трудностей контроля процесса рекристаллизации при температурах более 1050°C и продолжительности выдержки между циклами около 1 мин.

Поведение образцов γ -железа при ступенчатой деформации значительно отличается от поведения α -железа. Имеется определенная возможность наблюдать изменения микроструктуры аустенитных зерен при тепловом травлении и полосы скольжения при деформации. В процессе рекристаллизации довольно трудно проследить за изменением структуры поверхности образцов. Размер аустенитных зерен при нагреве до 940°C по стабильному графику нагрева и выдержке при этой температуре в течение часа изменялся в пределах от 0,5 до 2 мм.

Для характеристики измельчения зерна в зависимости от изменения параметров деформации был использован критерий конечной пластичности. За скорость деформации принимали среднюю скорость удлинения в течение нагружения, так как деформация, соответствующая второй стадии ползучести, не достигалась. Сту-

**Результаты ступенчатых деформационных испытаний образцов
железа «Ферровак Е» с аустенитной структурой**

<i>t</i> , °C	Деформация за цикл, мм	Время выдержки, мин	δ , %
940	2,5	3	20
	2,5	10	28
	5,0	3	29,5
	5,0	6	29,5
	5,0	10	28,5
	5,0	30	44
882	2,5	5	> 120* ²
	5,0	3	45
	5,0	5	95—190* ³
	5,0	6	214
	5,0	10	197
	5,0	20	188
1010	5,0* ¹	1,5	242
	5,0* ¹	3	260
	5,0* ¹	20	215

Примечание. Образцы вырезали из литого слитка.

*¹ Постоянное приращение деформации.

*² Прерывистые (ступенчатые) испытания до разрушения.

*³ Три испытания.

пенчатая деформация с постоянным приростом деформации в каждом цикле приводила к межкристаллитному разрушению образцов в результате испытаний при низких температурах в γ -области. На протекание рекристаллизации указывает большое сопротивление деформации образцов с мелкозернистой структурой при высоких скоростях деформации. Соответственно величина начальной пластической деформации снижается при наличии второй стадии ползучести, и межкристаллитное разрушение будет происходить при более низких значениях деформации. Снижение процента деформации за цикл при постоянной величине прироста деформации компенсируется, очевидно, повышенным деформационным упрочнением при уменьшении размера зерна.

Результаты некоторых ступенчатых испытаний до полного разрушения образцов приведены в таблице.

Средняя скорость деформации во всех циклах составляла примерно 30 сек^{-1} . Предполагая, что максимальное удлинение достигается при оптимальной продолжительности выдержки между циклами, соответствующей полной рекристаллизации обработки, продолжительность

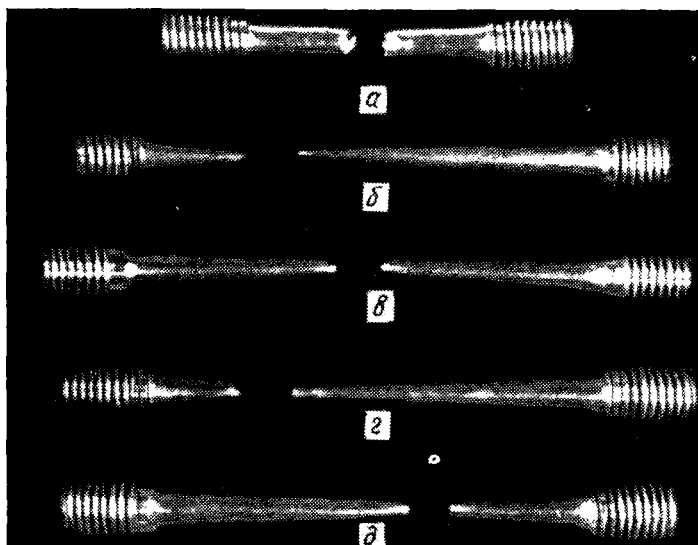


Рис. 9. Внешний вид образцов железа «Ферровак Е» с литой структурой после ступенчатой деформации при 982°C

Рисунок	Продолжительность выдержки между циклами, мин	δ , %	Рисунок	Продолжительность выдержки между циклами, мин	δ , %
а	3	45	г	10	197
б	5	100	д	20	188
в	6	214			

выдержки была уменьшена с 30 мин при 940°C до 3 мин при 1010°C . Горячедеформированные образцы и образцы, вырезанные из литого слитка, выявляли подобное поведение.

Вид типичных образцов после испытаний показан на рис. 9 и 10. В некоторых образцах отмечали наличие

нескольких шеек, что указывает на возможность локальной самостабилизации деформации. Образцы после испытаний имели очень гладкую поверхность, что характерно для материалов с очень мелким зерном.

При сравнении значений удлинения образцов после ступенчатых деформационных испытаний (см. таблицу)

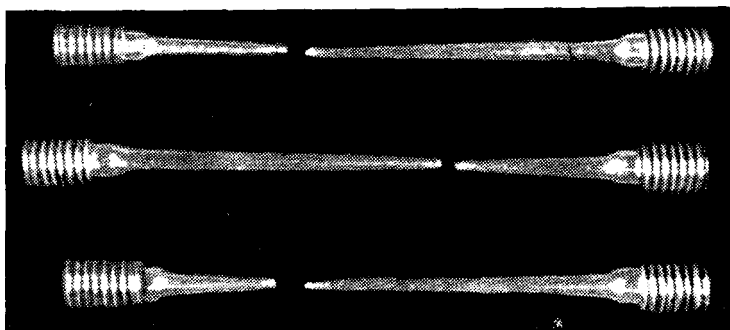


Рис. 10. Внешний вид образцов железа «Феобовак Е» с литой структурой после ступенчатой деформации при 1010° С

Рисунок	Продолжительность выдержки между циклами, мин	δ , %
<i>а</i>	1,5	242
<i>б</i>	3	260
<i>в</i>	20	215

с удлинениями при испытаниях до разрушения (см. рис. 5) видны значительные преимущества по горячей пластичности при измельчении зерна.

Рекристаллизация при горячей обработке обычно начинается на границах зерен [4—6]. Следовательно, наличие или отсутствие рекристаллизации зависит в основном от энергии деформации границ зерен, необходимой для зарождения новых зерен. В настоящее время нет общепринятой теории рекристаллизации при горячей деформации и является спорным вопрос, рекристаллизуются ли металлы в процессе деформации или после горячей деформации и имеется ли возможность получить в некоторых случаях матрицу, свободную или почти полностью свободную от деформации, без рекристаллизации [5—7]. Недостаточно исследована кинетика рекристаллизации и отсутствуют теории образования центров рекристаллизации.

Однако имеются некоторые качественные закономерности, ко-

торые можно рассмотреть. Во-первых, энергия деформации, действующая как движущая сила рекристаллизации, будет зависеть от скорости динамического возврата, которая определяется кристаллической структурой (числом активных систем скольжения и в определенной степени коэффициентом диффузии) и энергией дефектов упаковки, характеризующей легкость поперечного скольжения и переползания дислокаций в материале. Как правило, металлы и сплавы с низкой энергией дефектов упаковки рекристаллизуются при низких степенях деформации, тогда как в металлах с высокой энергией дефектов упаковки и металлах с о.ц.к. решеткой одновременно с деформацией могут происходить интенсивно процессы полигонизации или возврата, что приводит к быстрому снижению запасенной энергии и полному подавлению рекристаллизации [8, 9]. Скорость возврата, зависящая от миграции границ зерен, является функцией чистоты металла. Вероятно также, что примеси снижают скорость динамического возврата в результате взаимодействия с дефектами упаковки [10] вблизи границ зерен.

Отсутствие рекристаллизации в горячедеформированном α -железе обусловлено главным образом полигонизацией. Полигональная структура была обнаружена при всех условиях испытаний, причем субграницы ориентированы параллельно и перпендикулярно к активным полосам скольжения, а расстояние между ними равно промежутку между полосами скольжения. Испытания на релаксацию напряжений показали быстрое снижение нагрузки, и эти данные хорошо согласуются с представлениями о винтовых дислокациях со ступеньками. Быстрое перераспределение дислокаций, особенно вблизи границ зерен, способствует рассеянию энергии деформации, требующейся для образования центров рекристаллизации.

Горячедеформированное армко-железо, значительно менее чистое по примесям по сравнению с железом марки «Ферровак Е», склонно к рекристаллизации при 650°C (но не выше), тогда как образцы железа «Ферровак Е» не рекристаллизуются при 650°C в результате самых жестких сочетаний деформации и скоростей деформации. Следовательно, можно предположить, что примесные атомы будут снижать скорость возврата. Рекристаллизация образцов с литой структурой и отсутствие ее в горячедеформированных образцах железа «Ферровак Е» (гомогенизированное состояние) обусловлены, вероятно, характером процессов скольжения и трудностью движения дислокаций в материале с литой столчатой структурой, в которой имеются области затрудненной релаксации.

Данные исследования процесса рекристаллизации в аустените согласуются с концепцией значительно меньших скоростей возврата в этой фазе, на что указывают склонность к межкристаллитному разрушению и отсутствие первой стадии ползучести при средних и высоких скоростях деформации. Повышение удлинения до максимальных значений с увеличением продолжительности выдержки между циклами деформации обусловлено увеличением доли рекристаллизованного материала. Дальнейшая выдержка приводит к росту зерна и снижению удлинения (см. таблицу). Так как выдержка между циклами, необходимая для полного завершения рекристаллизации обработки после горячей деформации, может оказаться весьма продолжительной, была определена энергия активации из кривой Аррениуса, построенной в координатах $\log t_{\text{опт}} - \frac{T}{1}$, которая

оказалась равной 25 кдж/моль (60000 кал/г·атом), что является достаточно приемлемым значением для энергии активации роста зерна в аустените.

С помощью экстраполяции определили время выдержки, необходимое для рекристаллизации при температуре горячей обработки около 1200° С, которое составило несколько секунд.

Таким образом, можно сделать следующие выводы.

Число потенциальных центров рекристаллизации определяется энергией деформации вблизи границ зерен. Величина этой энергии обуславливается действием двух противоположных факторов: энергией, вводимой при деформации с различными скоростями, и скоростью рассеяния запасенной энергии при динамическом возврате. Рост центров рекристаллизации в результате низкой запасенной энергии невозможен, что приводит к деформационному отжигу, как например в образцах α -железа с литой структурой. Очевидно, минимальными условиями для протекания рекристаллизации будут деформация со степенями $>10\%$ и скоростью деформации $>0,5 \text{ сек}^{-1}$. Не удалось определить зависимость размера зерна феррита от запасенной энергии, вводимой при деформации с высокими скоростями, вследствие трудности быстрой закалки образцов при принятой методике испытаний, а также предполагаемой высокой скорости роста зерна феррита.

Образованию большого числа центров рекристаллизации способствует деформация при более низких температурах, так как скорость динамического возврата при снижении температуры также снижается. Продолжительность выдержки для протекания рекристаллизации соответственно будет больше, и скорость рекристаллизации будет зависеть от скорости роста зерна.

Размер конечного зерна при многократных циклах рекристаллизации зависит от размера исходного зерна (площади границ зерен на единицу объема) вследствие увеличения числа центров рекристаллизации при данной плотности, а также в результате увеличения энергии для деформации мелкозернистого металла при заданных режимах деформации (степенях и скорости деформации).

Необходимым условием получения очень мелкого зерна в материалах высокой чистоты является многократная низкотемпературная деформация, обеспечивающая большее число центров рекристаллизации, а так-

же ограничение скорости их роста. Микролегирование, особенно растворное, может быть также эффективным для получения мелкозернистой структуры.

Список литературы

1. Hanemann Von H. Zeit Metall., 1925, Bd 17, S. 316.
2. Robbins R. a. o. JISI, 1961, v. 199, p. 175.
3. Keane D. M. a. o. ISI Sp. Pub. No. 108, London, 1968, p. 21.
4. Rossard C., Blain P. IRSID Pub., 1957, v. A175.
5. Hardwick D., Tegart W. J. McG. J. Inst. Metals, 1961—1962, v. 90, p. 17.
6. Drube B., Stüwe H. P. Zeit. Metall., 1967, Bd. 58, S. 799.
7. Stüwe H. P. Acta Met., 1965, v. 13, p. 1337.
8. Jonas J. J. a. o. ISI Special Publication, London, 1968, № 108, p. 71.
9. Reynolds R. A., Tegart W. J. McG. JISI, 1962, v. 200, p. 1044.
10. Wasilewski R. J. Scripta Met., 1967, v. 1, p. 45.

УДК 669.017:539.379.4

В. Б. МОРРИСОН, Р. Л. МИЛЛЕР

ПЛАСТИЧНОСТЬ СПЛАВОВ СО СВЕРХМЕЛКИМ ЗЕРНОМ

К сверхмелкозернистым сплавам относятся однофазные или многофазные сплавы с поликристаллической структурой и размером зерна < 10 мкм. Прочностные свойства этих сплавов изучали во многих работах, однако мало внимания уделено характеристикам пластичности (удлинению и относительному сужению). В работе приведен обзор литературных данных по пластическим свойствам сплавов со сверхмелким зерном. Особое внимание уделено влиянию размера зерна на пластичность.

Другие факторы следует также учитывать, но в данном исследовании предполагается, что они постоянны в интервале изученных размеров зерна. Ввиду отсутствия данных для сплавов со сверхмелким зерном в ряде случаев придется использовать свойства сплавов с размером зерна > 10 мкм и предполагать подобное изменение свойств и в области со сверхмелким зерном.

Равномерное удлинение

Общее удлинение разрывного образца можно разделить на две составляющие: равномерное удлинение и удлинение в шейке. Образец удлиняется равномерно до тех пор, пока не будет достигнута

максимальная нагрузка [1], и при достижении максимальной нагрузки происходит образование шейки. Мартенс [2] и Унвин [3] предложили формулу, в которой равномерная и сосредоточенная деформации записаны отдельно:

$$\delta = (e_u + B \sqrt{A_0/l_0}), \quad (1)$$

где e_u — равномерное удлинение;

B — константа материала;

A_0 и l_0 — исходные площадь поперечного сечения и рабочая длина образца соответственно.

Равномерное удлинение e_u не зависит от геометрии образца при условии равенства поперечных деформаций в разрывном образце и однородности поперечного сечения по длине образца. Величину e_u можно измерить непосредственно после разрыва образца, если отношение $\sqrt{A_0/l_0}$ достаточно мало и удлинением в шейке можно пренебречь [4]. Значение e_u можно также определить из кривой нагрузка — удлинение при максимальном значении нагрузки.

Соотношение между истинным напряжением σ и истинной деформацией ϵ можно представить в виде уравнения:

$$\sigma = K\epsilon^n. \quad (2)$$

Величины K и n в уравнении не зависят от деформации и называются коэффициентом прочности и показателем деформационного упрочнения соответственно. Если шейка образуется при

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = \sigma, \quad (3)$$

то истинная деформация до образования шейки

$$\epsilon_u = n, \quad (4)$$

На рис. 1 показана зависимость истинного равномерного удлинения в двух низкоуглеродистых сталях ϵ_u от размера зерна. При размерах зерна > 10 мкм величина равномерного удлинения ϵ_u не зависит от размера зерна, хотя имеются некоторые исключения, обсуждаемые в работе [5]. Величина ϵ_u снижается с уменьшением размера зерна в области сверхмелкого зерна.

Как показано на рис. 2, подобную тенденцию наблюдали в металлах с г.ц.к. решеткой при размере зерна > 10 мкм, например в меди, никеле, серебре и алюминии, при комнатной температуре [6, 7], а также в железоникелевом сплаве с г.ц.к. решеткой и мелким зерном и α -титане с гексагональной плотноупакованной решеткой. Для получения размера зерна от 0,55 до 29 мкм железоникелевый сплав с 0,045% С и 30% Ni подвергали холодной прокатке и отжигу в интервале 500—1000°С. Размер зерна определяли на оптических или электронномикроскопических фотографиях микроструктуры методом секущих. По данным рентгеновского анализа, минимальная разориентация между соседними зернами в сплаве с двумя минимальными размерами зерен составляла $\sim 15^\circ$.

Данные о режиме термической обработки и механических свойствах приведены в табл. 1. Значения показателя деформационного упрочнения и равномерного удлинения в сплавах с г.ц.к. решет-

кой выше, чем в сплавах с о.ц.к. решеткой, вследствие больших скоростей деформационного упрочнения. Различие в деформационном поведении у сплавов с о.ц.к. и г.ц.к. решетками, а также различие в скоростях деформационного упрочнения у сплавов с г.ц.к. решеткой можно объяснить изменением энергии дефектов упаковки [7—9]. Из данных, приведенных на рис. 1—2, следует, что равномерное удлинение у сплавов со сверхмелким зерном значительно ниже.

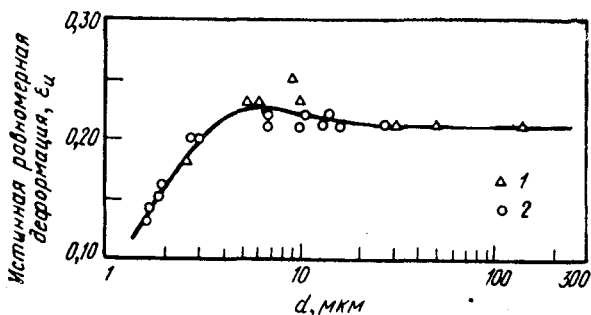
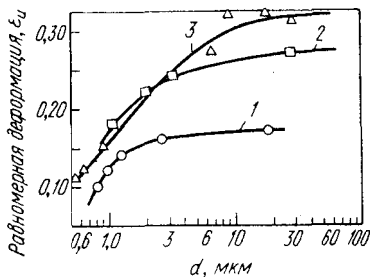


Рис. 1. Зависимость истинного равномерного удлинения низкоуглеродистых сталей от размера зерна [содержание углерода 0,09 (1) и 0,13% (2)]

Рис. 2. Зависимость равномерного удлинения титана и аустенитной стали от размера зерна:

1 — титан технической чистоты [13]; 2 — титан высокой чистоты [13]; 3 — сталь с 0,045% С и 30% Ni



Можно полагать, что зависимость равномерного удлинения ϵ_u от размера зерна обусловлена не прямым влиянием самого размера зерна, а эффектами образования дислокационной субструктуры в процессе деформации. Возможно, что имеется подобная аналогия и для соотношения между напряжением течения σ_f и размером зерна, где σ_f является функцией плотности дислокаций. Плотность дислокаций связана с размером зерна [10—13]. Важно отметить, что значения ϵ_u и n могут зависеть от размера зерна даже в том случае, когда скорость деформационного упрочнения $d\sigma/d\epsilon$ не зависит от размера зерна [5]. Такой вывод вытекает из соотношения, получаемого из уравнения (2):

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = n \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (5)$$

Таблица 1

**Изменение механических свойств холоднокатаного ($\varepsilon = 95\%$)
железоникелевого сплава с г. ц. к.-решеткой в зависимости
от величины зерна**

Режим отжига		Размер зерна, <i>мкм</i>	Напряжение течения, соответствующее деформации 1 %, <i>Мн/м²</i> (<i>кг/мм²</i>)	ψ , %	Общее удлинение, %	Равномерное удлинение, %
<i>t</i> , °C	τ					
1000	3 мин	29,0	215 (21,5)	89	45	31
900	5 »	18,3	235 (23,5)	89	44	32
800	15 »	9,3	263 (26,3)	88	39	32
700	30 »	6,7	288 (28,8)	88	38	27
500	12 ч	0,9	569 (56,9)	82	22	15
550	3 »	0,64	631 (63,1)	81	22	12
500	3 »	0,55	664 (66,4)	84	20	11

Так, при определенной величине деформации и при условии, что $d\sigma/de$ не зависит от размера зерна, величина показателя n должна снижаться с уменьшением размера зерна, если считать, что напряжение увеличивается с измельчением зерна, как это часто наблюдали на опыте.

Так как показатель деформационного упрочнения n и напряжение течения σ_f зависят от размера зерна, то можно предположить, что существует определенное соотношение между n и σ_f . Чтобы установить зависимость показателя n от прочностных свойств, Гензамер измерил механические свойства сталей с различными микроструктурами при комнатной температуре. Полученные результаты приведены на рис. 3. Показана также зависимость показателя деформационного упрочнения от величины нижнего предела текучести в стали с 0,13% С и размером зерна < 10 *мкм* [5] при комнатной температуре. Данные экстраполированы к значениям предела текучести, превышающим максимальное измеренное значение напряжения 562,5 *Мн/м²* (56,25 *кг/мм²*). Экстраполяцию считают правомочной, полагая справедливыми уравнения, связывающие размер зерна с показателем n и нижним пределом текучести:

$$n = \frac{5}{10 + d^{-1/2}}, \quad (6)$$

где d измеряют в миллиметрах,

$$S_y = 9,0 + 1,85d^{-1/2}. \quad (7)$$

Величина S_y — значение номинального нижнего предела текучести, *кг/мм²*. Подобие формы двух кривых, приведенных на рис. 3, дает основание предполагать, что показатель n , а следовательно, и равномерное удлинение ε_u являются функцией прочности сплава, тогда как состояние границ зерен в сталях, исследованных Гензамером, не играет существенной роли. Полученные результаты подтверждают ранее высказанное предположение о том, что размер исходного

зерна влияет на показатель n , воздействуя на дислокационную субструктуру, формирующуюся в течение деформации. На рис. 3 показано также, что сплавы с мелким зерном и высокой прочностью имеют низкие значения показателя деформационного упрочнения n , как следствие, низкое равномерное удлинение e_u . Исключением

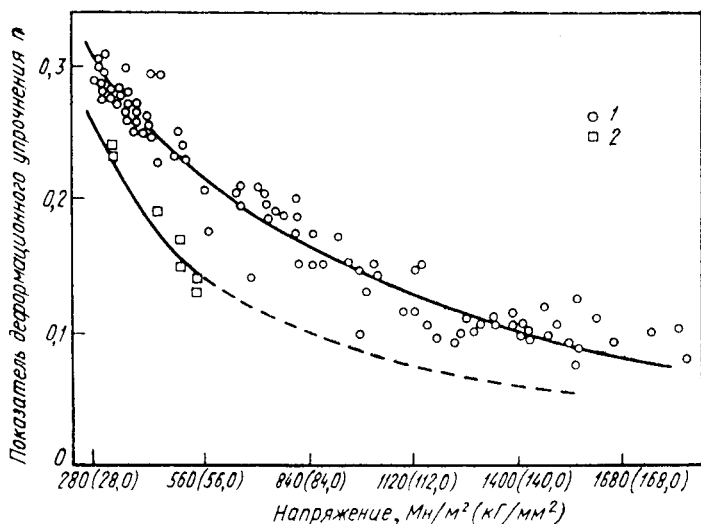


Рис. 3. Зависимость показателя деформационного упрочнения n от напряжения для ряда сталей:

1 — предел текучести для различных сталей, по данным Гензамера;
2 — нижний предел текучести феррито-перлитной стали, содержащей 0,13% С, по данным Моррисона

являются стали, в которых высокие скорости деформационного упрочнения достигаются в результате превращения, протекающего в процессе деформации [15, 16].

Относительное сужение

Ранее отмечали, что образцы сплавов с мелким зерном, склонные к деформационному упрочнению при испытаниях на растяжение, имеют низкие равномерные удлинения и деформируются с образованием шейки. При всех температурах и особенно очень низких в образцах этих материалов образуются хорошо развитые шейки, и значения относительного сужения оказываются большими. Неясно, влияет ли размер зерна на величину относительного сужения и отличается ли относительное сужение в образцах одного и того же химического состава, но с мелким и крупным зерном. Как показано Эдельсоном и Бэлдином [17] при исследовании сплавов на основе меди, важным структурным фактором, влияющим на ве-

личину относительного сужения, является объемный процент частиц второй фазы. В очень чистых металлах, содержащих в объеме образца лишь несколько включений, относительное сужение достигает 100% [18—20]. Очевидно, что в таких металлах ψ не должно зависеть от размера зерна. Джонс и Конрад показали [13], что относительное сужение в образцах иодидного титана во всех случаях превышало 90%, хотя размер зерна изменялся в диапазоне 1,1—29 мкм.

В литературе отсутствуют систематические данные о влиянии размера зерна на относительное сужение металлов нормальной чистоты, а имеющиеся данные показывают, что этот эффект весьма незначителен. В табл. 1 приведены результаты механических испытаний образцов аустенитной стали, из которых следует, что величина относительного сужения снижается при уменьшении размера зерна. Однако многочисленные литературные данные указывают на то, что величина ψ возрастает с уменьшением размера зерна в металлах. Колеман и Хардье [21] исследовали пластичность α -циркония в диапазоне размеров зерна, включающем и сверхмелкое зерно ($d < 10$ мкм), и установили линейную зависимость относительного сужения от величины $d^{-1/2}$ в температурном интервале —(—196) — (200)°С. Пиккеринг и Глэдман [22] нашли зависимость ψ от размера зерна d при комнатной температуре различных сталей. В соотношении, установленном ими, отражено также влияние марганца и содержания перлита:

$$\psi = 78,5 + 5,39 \text{ Мп} - 0,53\% \text{ перлита} - 0,33d \text{ (мкм)}. \quad (8)$$

Джонс и Конрад [13] также отмечали увеличение ψ с уменьшением размера зерна в α -титане технической чистоты в области мелкого зерна, но из-за ограниченности экспериментальных данных не смогли вывести приемлемое соотношение между ψ и размером зерна.

На рис. 4 показаны результаты механических испытаний сталей и титана при комнатной температуре. Данные для стали с 0,13% С взяты из работы [5]. Различный размер зерна в сталях получали нагревом до температур аустенитной области в интервале 900—1150°С с последующим охлаждением на воздухе или с печью. Использовали разрывные образцы диаметром 3,2 мм и рабочей длиной 25,4 мм. Как и в работе Пиккеринга и Глэдмана [22], установлена линейная зависимость относительного сужения от величины зерна d . Однако константа пропорциональности для каждой из трех испытанных сталей была различной и изменялась от 0,23 до 0,55 по сравнению с величиной 0,33 в работе Пиккеринга и Глэдмана. Довольно трудно объяснить указанные различия, хотя можно предположить, что объемный процент частиц второй фазы может влиять на характер зависимости относительного сужения от величины зерна. Так как относительное сужение металлов высокой чистоты не зависит от величины зерна, то можно считать, что масштабный эффект (зависимость от размера зерна) будет проявляться с увеличением объемной доли частиц второй фазы. Однако нижний предел этого эффекта можно достичь в том случае, когда количество частиц второй фазы будет настолько велико, что размер зерна не будет оказывать заметного влияния на механические свойства. В связи с этим существует, вероятно, оптимальный объемный процент частиц второй фазы, при котором зависимость относитель-

ного сужения от величины зерна проявляется в наибольшей мере. Предполагается, что различие в размере зерна является единственным изменением в структуре, хотя вероятно, что в процессе получения материала с разным размером зерна частицы второй фазы могут перераспределяться таким образом, что сами влияют на пластичность дополнительно к влиянию размера зерна. По-видимому, этим и можно объяснить некоторые различия во влиянии размера зерна на пластичность в сталях (см. рис. 4 и табл. 1).

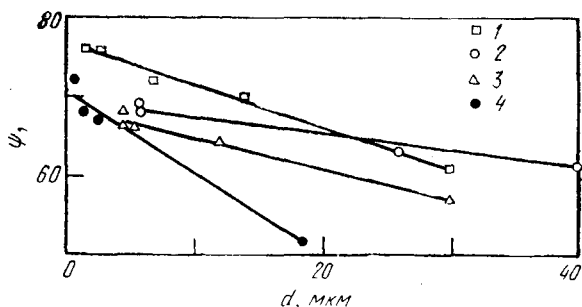


Рис. 4. Зависимость относительного сужения от размера зерна:

1 — сталь с 0,13% С и 0,67% Мп; 2 — сталь с 0,20% С и 0,83% Мп; 3 — сталь с 0,18% С; 0,90% Мп и 0,13% V; 4 — титан [13]

Может показаться удивительным, что размер зерна оказывает какое-то влияние на величину относительного сужения, так как общая деформация в хорошо развитой шейке достаточно велика, а микроструктура в месте шейки представляет собой субструктуру с высокой плотностью дислокаций, часто в форме ячеек со слабыми следами исходных высокоугловых границ. Эмбури и Моррисон показали, что в стальных проволоках с различным исходным зерном различие в размере ячеек, обусловленное различием в размере исходного зерна, сохраняется до довольно высоких деформаций. Материалом исследования была низкоуглеродистая сталь промышленной выплавки с 0,13% С и 0,67% Мп. Были получены образцы с тремя размерами зерна: 2,5; 5 и 11 мкм. Для определения размеров ячеек проволоочные образцы утоняли до тонких фольг, которые затем исследовали на просвет в электронном микроскопе. Ячейки разделены друг от друга главным образом малоугловыми границами. Важно то, что различие в размере ячеек при любой заданной деформации соответствует различию в исходном размере зерна. Поэтому есть основания полагать, что влияние размера зерна на относительное сужение является результатом влияния дислокационной субструктуры. Если стенки ячеек являются барьерами для роста трещины, которая вызывает разрушение образца, то чем меньше размер ячейки, тем труднее трещине расти и тем больше будет величина относительного сужения. На рис. 5 приведена зависимость предела текучести от размера зерна, которая удовлетворяет уравнению Холла — Петча. Наклон этой кривой больше, чем в любой

Точке на кривой зависимости предела текучести от размера ячеек. Так как установлено, что ячейка или малоугловые границы оказывают меньшее влияние на напряжение течения, чем высокоугловые границы [23—26]. Кривая размера зерна приближается к кривой размера ячеек. Вероятно, относительное влияние исходных высокоугловых границ на прочность будет снижаться при увеличении степеней деформации при волочении.

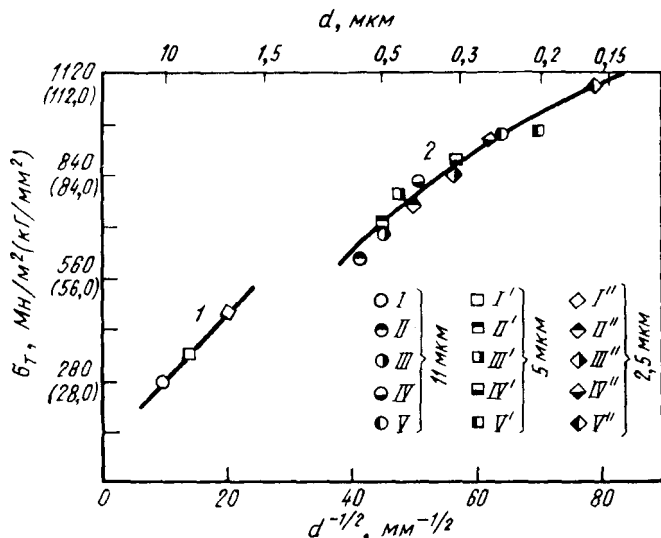


Рис. 5. Влияние размера зерна и размера ячеек на предел текучести проволоки из стали с 0,13% С, протянутой с различными степенями деформации:

1 — высокоугловые границы; 2 — высоко- и малоугловые границы

Обозначение	Истинная деформация	Обозначение	Истинная деформация
I I' I''	0	IV IV' IV''	2,20
II II' II''	1,27	V V' V''	3,06
III III' III''	1,68		

Влияние температуры и скорости деформации на пластичность

Равномерное удлинение

Равномерное удлинение металлов с г. ц. к. решеткой и крупным зерном, таких как алюминий [19, 27], серебро [28] медь [6], а также иттрий [29] с гексагональ-

ной плотноупакованной решеткой, снижается при повышении температуры испытаний в интервале $0,2-0,9 T_{пл}$. Аналогично изменяются показатель деформационного упрочнения n и скорость деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon$ этих металлов. Такое поведение характерно и для металлов, имеющих о. ц. к. решетку, с той лишь разницей, что изменение указанных характеристик происходит в более узком температурном интервале.

На рис. 6 представлена температурная зависимость показателя деформационного упрочнения n для серебра с г. ц. к. решеткой и молибдена с о. ц. к. решеткой. В отличие от серебра величина показателя n молибдена возрастает с повышением температуры в интервале $(-3)-(+197)^\circ\text{C}$. Подобным образом ведут себя и другие металлы с о. ц. к. решеткой — железо [32—36], тантал [37, 38] и калий [39]. Полагают [40], что в температурном интервале, в котором происходит увеличение показателя n с повышением температуры, образуются клубки дислокаций, и скорость деформационного упрочнения будет зависеть от дальнедействующих напряжений, обусловленных клубками дислокаций.

При относительно высоких температурах скорость деформационного упрочнения снижается в результате процессов возврата. Так как все данные получены для металлов с крупным зерном, интересно было проследить за поведением материала со сверхмелким зерном, и такое исследование проведено на сверхмелкозернистой стали с $0,13\%$ С и $0,67\%$ Мп. Размер зерна 2 мкм в стали получали прокаткой в аустенитной области с последующим превращением аустенита в феррит при охлаждении на воздухе. Испытания проводили на плоских образцах размером $25,4 \times 6,35 \times 0,51 \text{ мм}$ в интервале $(-197)-(+27)^\circ\text{C}$.

На рис. 7 показана температурная зависимость показателя деформационного упрочнения n и общего удлинения. Характер изменения показателя n в мелкозернистой стали с повышением температуры такой же, как и в крупнозернистом материале. Однако следует отметить, что удлинение значительно снижается при температурах ниже -103°C . Такое низкое удлинение обусловлено большой нестабильностью пластического течения в сплавах с мелким зерном, имеющих резкий предел текучести с последующей деформацией Людерса.

Такое поведение обсуждается детально в следующем разделе.

Влияние скорости деформации на величину равномерного удлинения ϵ_u и показателя n зависит от температуры испытаний. При испытаниях при комнатной температуре равномерное удлинение ϵ_u в металлах с г. ц. к.

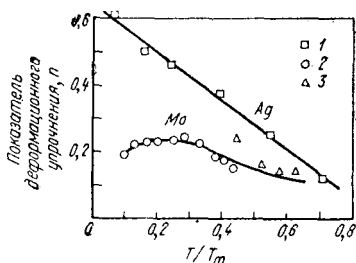


Рис. 6. Температурная зависимость показателя деформационного упрочнения в серебре с г. ц. к. решеткой и в молибдене с о. ц. к. решеткой. Результаты работ:

1 — [28]; 2 — [30]; 3 — [31]

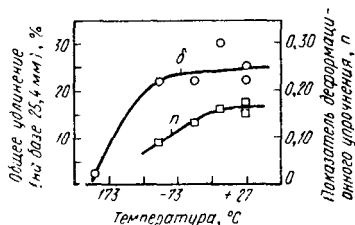


Рис. 7. Температурная зависимость показателя деформационного упрочнения n и общего удлинения низкоуглеродистой стали со сверхмелким зерном

и г. п. у. решеткой возрастает с увеличением скорости деформации [41], а в о. ц. к. металлах значения ϵ_u и n , наоборот, снижаются с увеличением скорости деформации [33, 41, 42]. Хотя эти данные были получены для относительно крупнозернистых материалов, подобное поведение можно предполагать и в сплавах со сверхмелким зерном.

Относительное сужение

Изучено влияние скорости деформации на величину относительного сужения в различных сплавах, однако ни один из них не был сверхмелкозернистым. Оказалось, что ψ либо слабо зависит от скорости деформации, либо не имеется определенной закономерности в изменении ψ [43—45]. С другой стороны имеется много данных, свидетельствующих о том, что относительное сужение увеличивается при повышении температуры испытаний [21, 29, 36, 37, 46, 47] и некоторые типичные результаты показаны на рис. 8. Предполагают, что при испытаниях при высоких гомологических температурах относительное сужение будет достигать очень высоких значений. Например, Бэкофен и др. [48] показали, что

в сверхмелкозернистом сплаве Al—Zn, испытанном при температуре около $0,7 T_{пл}$, значения относительного сужения близки к 100%.

Рис. 8. Температурная зависимость относительного сужения в различных материалах:

1 — тантал [37]; 2 — сплав Be—Cu [46]; 3 — нержавеющая сталь 310 [46]; 4 — сталь 1075 [46]; 5 — сплав Ti+5 Al+2,5 Sn [46]; 6 — иттрий [29]

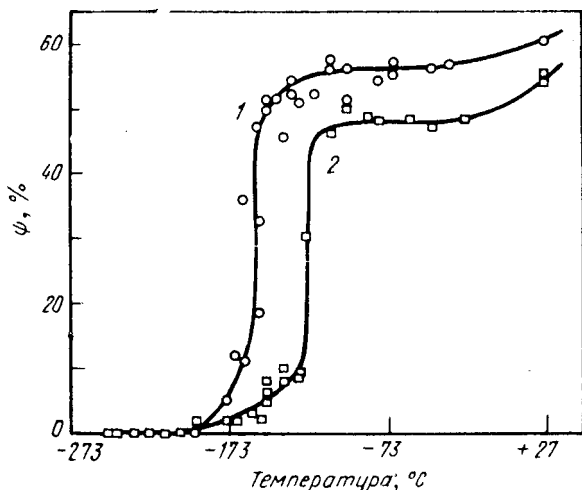
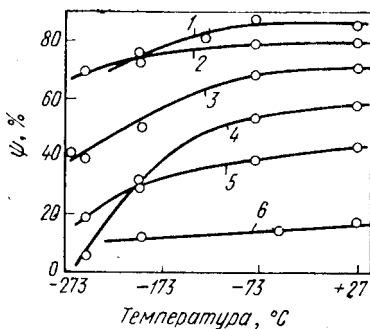


Рис. 9. Температурная зависимость относительного сужения низкоуглеродистой стали. Балл зерна по шкале ASTM:

1 — 7; 2 — 4

Железо и другие металлы с о. ц. к. решеткой склонны к переходу из вязкого состояния в хрупкое при определенной температуре испытаний на растяжение и низких скоростях деформации [49—52]. При температурах ниже порога хрупкости разрывной образец будет раз-

рушаться без образования шейки при низких показателях пластичности. Температура перехода из вязкого состояния в хрупкое сильно зависит от размера зерна, и сверхмелкозернистые сплавы остаются пластичными (т. е. имеют высокое относительное сужение) при значительно более низких температурах испытаний по сравнению со сплавами с нормальным размером зерна. Влияние размера зерна на величину относительного сужения низкоуглеродистой стали показано на рис. 9.

Нестабильное пластическое течение

При испытаниях на растяжение для определенных сплавов, проявляющих на кривой деформации верхний и нижний предел текучести с последующей деформацией Людерса, характерна нестабильность пластического течения, выражающаяся в появлении шейки сразу же за образованием полос Людерса. Полагая, что соотношение между напряжением и деформацией описывается уравнением (2), можно считать, что шейка появится тогда, когда произойдет деформация Людерса, при условии, что $\epsilon_L > n$, где ϵ_L — истинная деформация Людерса. При достижении нижнего предела текучести

$$\sigma = S_y (1 + e_L). \quad (9)$$

При этом S_y и e_L — номинальный нижний предел текучести и номинальная деформация Людерса соответственно. Объединив уравнения (2) и (9), получим следующее уравнение:

$$\ln \frac{K}{S_y} = \epsilon_L - n \ln \epsilon_L. \quad (10)$$

Чем меньше величины n и K/S_y , тем больше возможность нестабильного пластического течения. В о. ц. к. металлах величина показателя деформационного упрочнения n уменьшается при: снижении температуры испытаний в интервале, когда еще проявляется резкий предел текучести; увеличении скорости деформации; уменьшении размера зерна.

Отношение K/S_y снижается при уменьшении размера зерна [5]; снижении содержания углерода в низкоуглеродистой стали [5]. Поэтому можно сделать вывод

о том, что сильная нестабильность пластического течения должна, вероятно, проявляться в сплавах, испытанных при низких температурах и высоких скоростях деформации. Действительно, такую нестабильность наблюдали при низких температурах в тантале [37, 53], а также в сталях [44, 54], испытанных при низких температурах с высокими скоростями деформации.

Если размер зерна достаточно мал, нестабильность пластического течения должна проявляться при комнатной температуре и обычных скоростях деформации. Чтобы доказать это, для исследования выбрали сталь, легированную элементами, способствующими измельчению зерна, с таким содержанием углерода, которое оказывало бы минимальное влияние на величину коэффициента K . Исследуемая сталь содержала 0,06% С; 0,5 Мп и 0,1% в Nb. Мелкое зерно феррита в стали получали в результате термомеханической обработки при температуре несколько выше A_{c3} (900°), чтобы получить мелкое аустенитное зерно, с последующим быстрым превращением аустенит — феррит при охлаждении. Сталь прокатывали с толщины 25,4 мм до трех разных толщин — 6,35; 2,54 и 1,27 мм с последующей закалкой на воздухе, что обеспечивало получение ферритного зерна размером 1,7; 3,2 и 4,9 мкм соответственно. Большой размер зерна в стали (9 мкм) получали в результате термической обработки по режиму: нагрев до 900° С, выдержка при этой температуре 0,5 ч, охлаждение на воздухе.

Методом электронной дифракции установлено, что при величине зерна 1,7 мкм разориентация решетки между зернами составляла более 15° . Было показано также, что при таком размере зерна величина нижнего предела текучести имеет обычные значения, получаемые из уравнения Холла — Петча. Соответствующие кривые нагрузка — удлинение для четырех размеров ферритного зерна показаны на рис. 10. Образцы с размером зерна 3,2; 4,9 и 9 мкм показали большую деформацию Людерса с последующим деформационным упрочнением; деформация Людерса увеличивалась с уменьшением размера зерна. Образцы с размером зерна 1,7 мкм деформировались пластически нестабильно, на что указывает отсутствие деформационного упрочнения. На рис. 11 показана фотография образца после разрыва. Пла-

стическая деформация сильно локализована и ограничена той частью образца, в которой образовалась первая полоса Людерса. В результате такой локальной деформации удлинение образца с рабочей длиной 25,4 мм составило только 8% по сравнению со средним значением удлинения 36% в образцах с большим размером зер-

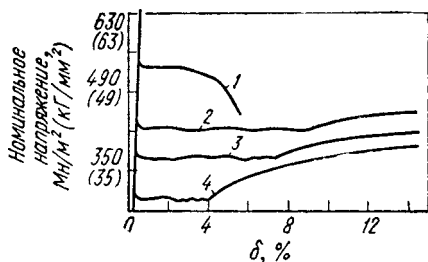


Рис. 10. Кривые нагрузка — удлинение низкоуглеродистой стали. Размер зерна, мкм:

1 — 1,7; 2 — 3,2; 3 — 4,9; 4 — 9,0



Рис. 11. Образец из низкоуглеродистой стали с размером зерна 1,7 мкм после разрыва

на. Следовательно, материал с размером зерна 1,7 мкм деформируется пластически нестабильно, так как деформация Людерса в этом случае превышает равномерную деформацию образца ($\epsilon_L > \epsilon_u$) или, иными словами, предел текучести будет больше, чем скорость деформационного упрочнения ($d\sigma/d\epsilon < \sigma$).

Деформация Людерса максимальна при

$$\epsilon_L = n,$$

что дает

$$\ln \frac{K}{S_y} = n(1 - \ln n). \quad (11)$$

Кривая полученной зависимости показана на рис. 12 и дает критическую величину K/S_y для максимальной деформации Людерса при любом значении n . При значении K/S_y , меньшем критического, сплав будет деформироваться пластически нестабильно в течение деформации Людерса и измеренное равномерное удлинение должно быть равным нулю. При значении K/S_y , большем критического, сплав обнаруживает нормальное деформационное упрочнение и равномерная деформация будет численно равна показателю деформационного упрочнения n . Например,

используя имеющиеся зависимости между n , K , S_y и размером зерна [5], определили, что в стали

с 0,06% С с размером зерна 1,7 мкм величина n примерно равна 0,15, а величина K/S_y составляет 1,49. Это значение K/S_y меньше критического при $n=0,15$ и предположение о нестабильности пластического течения такого материала при одноосных испытаниях на разрыв при комнатной температуре и обычных скоростях деформации хорошо согласуется с данными предшествующего эксперимента.

Можно также определить примерное максимальное значение деформации Людерса, достижимое в различных низкоуглеродистых сталях, и размеры зерна, соответствующие этим значениям. Расчеты, основанные на использовании уравнения (11) и эмпирических зависимостей между величиной K , размером зерна и содержанием углерода, а также между размером зерна, величиной n и S_y [5], дают значения деформации Людерса и соответствующие им размеры зерна для сталей с различным содержанием углерода, указанные в табл. 2. При размерах зерна, меньших тех, что указаны в табл. 2,

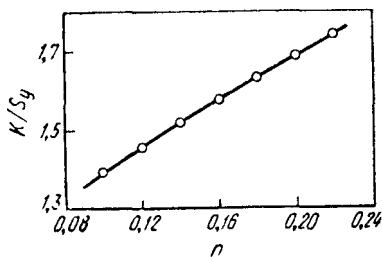


Рис. 12. Соотношение между величиной K/S_y и показателем n согласно уравнению (11)

Таблица 2

Расчетные значения максимальной деформации Людерса при комнатной температуре и низкой скорости деформации для различных низкоуглеродистых сталей

сплав	$\varepsilon_{L_{\max}}$	Размер зерна, соответствующий $\varepsilon_{L_{\max}}$, мкм
Техническое железо	0,21	5
Сталь (0,05% С)	0,16	2
» (0,10% С)	0,13	1,2
» (0,15% С)	0,10	0,6

шейка образуется при небольших деформациях, и сплав будет иметь низкую пластичность. Следует указать, что размеры зерна в низкоуглеродистых сталях, указанные в табл. 2, не были получены экспериментально и, по-видимому, являются практическим пределом измельчения зерна, достижимым в этих сталях

Общее удлинение

Влияние геометрии. Известно, что удлинение разрывного образца зависит от его геометрии из-за вклада, вносимого в общую деформацию удлинением в шейке [см. уравнение (1)]. В пластичном сплаве средняя деформация в шейке обычно значительно больше равномерной деформации. Поэтому отношение длины шейки к длине образца сильно влияет на величину удлинения. Шу и др. [4] считают, что длина шейки является одним из четырех количественных факторов, характеризующих пластичность материала. Другими факторами являются равномерное удлинение ε_u , деформация образца при разрыве ε_m и фактор равномерности f , являющийся измерением формы шейки. Указанных четырех количественных факторов, которые можно определить при измерении размеров образца после разрыва, достаточно для получения формы кривой распределения деформации, показанной на рис. 13. Фактор равномерности, равный $X/\lambda\varepsilon_m$ (X — величина заштрихованной площади), может изменяться от нуля до единицы.

В пластичных сплавах со сверхмелким зерном, склонных к деформационному упрочнению, величины ε_u

и f обычно малы, а величина ϵ_m велика. В сплавах с крупным зерном величина ϵ_u будет больше, ϵ_m меньше, а величина f , являющаяся функцией склонности материала к деформационному упрочнению, вероятно, больше, чем в мелкозернистом материале. Поэтому удлинение сверхмелкозернистого сплава ниже, чем у крупнозернистого, если длина шейки составляет небольшую часть от длины образца, и будет близким к нему, если длина шейки равна большей части образца. При высоких гомологических температурах в сплавах со сверхмелким зерном величина равномерного удлинения ϵ_u будет мала, ϵ_m — велика, значение f близко к 1 и общее удлинение будет достигать очень высоких значений. Такое поведение называют «сверхпластичным» и оно рассмотрено в следующем разделе.

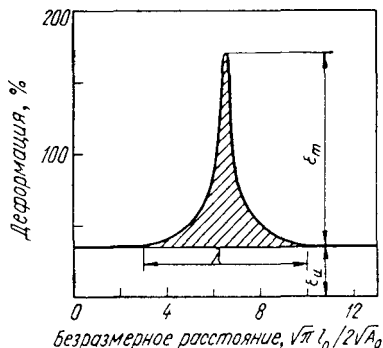


Рис. 13. Кривая распределения деформации в алюминиевом образце [4]

и оно рассмотрено в следующем разделе.

Чувствительность напряжения к скорости деформации

Было отмечено, что скорость деформационного упрочнения и равномерное удлинение снижаются с повышением температуры испытаний, что связано с увеличением склонности к возврату. Хотя шейка образуется при малых деформациях, значения удлинения в сплавах при высоких гомологических температурах достаточно высокие [54]. На рис. 14 показан ряд кривых в координатах истинное напряжение — истинная деформация для сплава индия, испытанного с разными скоростями деформации при температуре $0,69 T_{пл}$. Деформация, соответствующая максимальной нагрузке, достигает достаточно высоких значений, особенно при низких скоростях деформации. Необычно высокие удлинения при температурах испытаний выше $0,5 T_{пл}$ обусловлены высокой чувствительностью напряжения течения к скорости деформации, и вследствие этого как только в образце об-

разуется шейка, так скорость деформации в шейке сразу же возрастает, приводя к локальному увеличению напряжения течения, что препятствует дальнейшей деформации в шейке.

Чувствительность напряжения течения к скорости деформации (показатель m) можно измерить по накло-

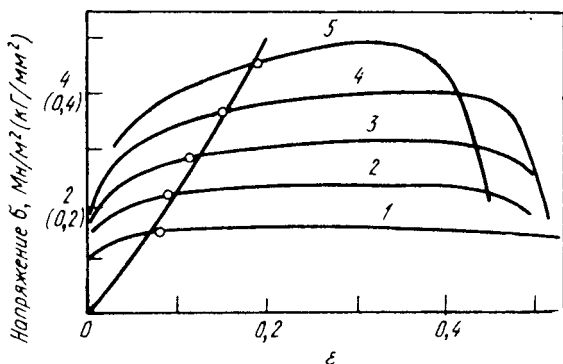


Рис. 14. Кривые напряжение — истинная деформация образцов сплава In+0,5 Pb, деформированных с различными скоростями деформации. Пересекающая кривая слева является траекторией Консидере, полученной из измерений в точке максимальной нагрузки:

1 — $2,8 \cdot 10^{-5}$; 2 — $2,8 \cdot 10^{-4}$; 3 — $2,8 \cdot 10^{-3}$; 4 — $2,8 \cdot 10^{-2}$; 5 — $0,7 \cdot 10^{-1}$.

ну кривой в координатах $\ln \sigma - \ln \dot{\epsilon}$ при условии, что деформация и температура испытаний будут постоянными. Величину показателя m можно определить из соотношения

$$m = \left(\frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T}$$

Хотя показатель m является функцией деформации, а также скорости деформации, его можно рассматривать примерно как константу внутри относительно малого интервала значений деформаций и скоростей деформации. При таком допущении справедливо уравнение

$$\sigma = C \dot{\epsilon}^m, \quad (12)$$

где C — константа материала.

Величина показателя m чувствительна к температуре испытаний и размеру зерна. Как правило, чем выше

температура испытаний при условии стабильности структуры, тем больше величина показателя m . На рис. 15 показана температурная зависимость показателя m при постоянных значениях скорости деформации и величины деформации в серебре с тремя размерами зерна. При температурах выше $0,5 T_{пл}$ величина показате-

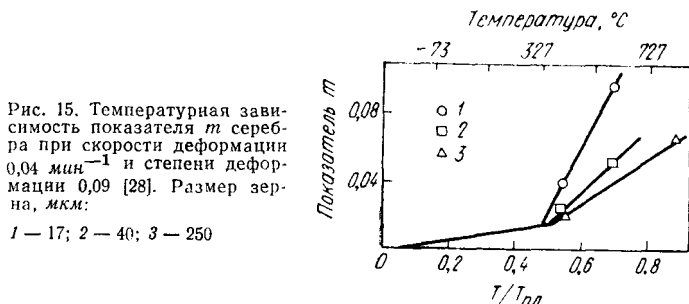


Рис. 15. Температурная зависимость показателя m серебра при скорости деформации $0,04 \text{ мин}^{-1}$ и степени деформации $0,09$ [28]. Размер зерна, мкм:

1 — 17; 2 — 40; 3 — 250

ля m сильно зависит от температуры испытаний. Чем мельче размер зерна в серебре, тем больше величина показателя m при высоких температурах, хотя размер зерна ни в одном из трех образцов не соответствовал области сверхмелкого зерна и величина показателя m была меньше $0,1$. Температурная зависимость показателя m в сверхмелкозернистом сплаве Al—Zn при постоянной скорости деформации и примерно постоянном значении деформации показана на рис. 16; величина показателя m в сплаве Al—Zn значительно выше, чем в серебре. Величина показателя m снижалась вблизи температуры 257°C , что обусловлено фазовым превращением при этой температуре.

С увеличением деформации при испытаниях на растяжение величина показателя m может изменяться, что связано с микроструктурными изменениями в процессе испытаний. Для примера рассмотрим изменение показателя m в сплаве W—Re (рис. 17). В исходном состоянии величина m была равна $0,8$ [56], а после 50% -ной деформации его величина снижалась до относительно постоянной величины $< 0,3$. Этот однофазный сплав ковали в температурном интервале $1150\text{—}1600^\circ \text{C}$ с 80% -ным обжатием и из прутков вытачивались разрывные образцы. Образцы быстро нагревали до температуры испытаний 2000°C , и испытания на растяжение начина-

ли сразу же после достижения этой температуры. Рекристаллизация исходной деформированной структуры, происходящая при нагреве, вызывала рост зерна, который продолжался в начале испытаний до тех пор, пока не был достигнут равновесный размер зерна. Для того чтобы величина показателя m оставалась постоянной в

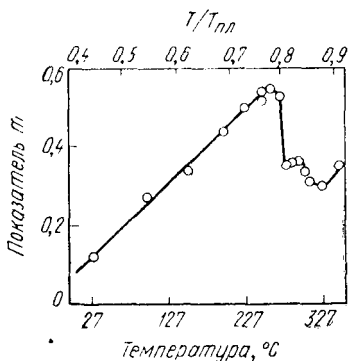


Рис. 16. Температурная зависимость показателя m в сверхмелкозернистом сплаве Al—Zn, деформированном со скоростью 1 мин^{-1} [48]

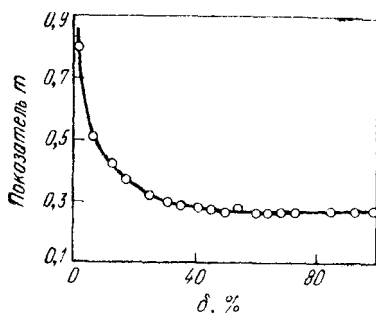


Рис. 17. Изменение величины показателя m при удлинении образцов сплава W+22% (ат.) Re, испытанных при 2000°C [56]

течение испытаний, очевидно, требуется сохранить мелкозернистую микроструктуру в сплаве W—Re до конца испытаний. Такую стабильность размера зерна при испытаниях на растяжение обычно выявляют двухфазные сплавы с эвтектической или эвтектоидной микроструктурами. Сплавы со стабильной сверхмелкозернистой микроструктурой при температурах выше $0,5 T_{пл}$ обычно имеют величину показателя $m > 0,3$ в течение всего испытания на растяжение. Такие сплавы называются «сверхпластичными» и выявляют удлинения, которые значительно превышают удлинение сплавов с нормальным размером зерна.

При испытаниях сверхпластичных сплавов образование шейки может происходить при относительно малых деформациях [55], и весьма вероятно, что сверхпластичное удлинение полностью обусловлено постепенным развитием в образце одной или нескольких шеек в течение испытаний. На рис. 18 показано распределение деформации в образце из сплава Pb—Sn в течение испытаний при комнатной температуре. Шейки на участке

1—2 образуются уже при малых деформациях. Для описания этой начальной стадии образования шейки Врейн ввел термин «нестабильность типа I». Шейки развиваются почти до конца испытаний, когда происходит быстрое ускорение роста шейки на участке 1, предшествующее разрушению. Преобладающий рост одной шей-

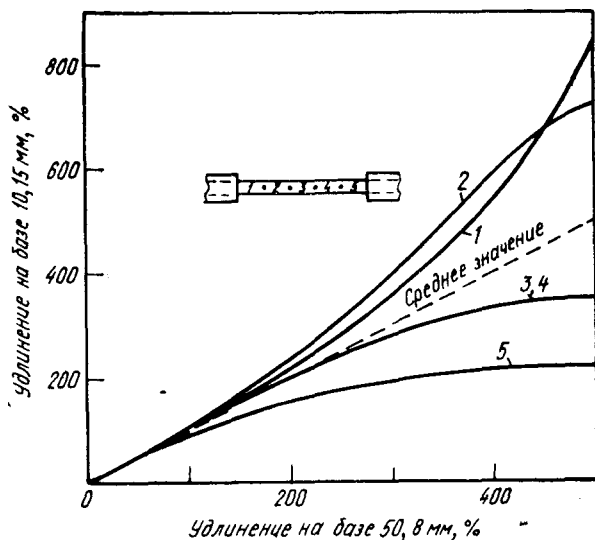


Рис. 18. Сравнение удлинения участков разрывного образца с общим удлинением образца из сплава Pb—Sn. Диаметр образца 5,6 мм, рабочая длина 50,8 мм. Общее удлинение образца 500% [55]

ки, приводящий к разрушению, назван Врейн «нестабильностью типа II». Продолжительная задержка нестабильности типа II является специфической особенностью сверхпластичного поведения сплавов. Имеются указания, что удлинение сверхпластичных сплавов зависит главным образом от величины показателя m и не зависит от состава сплава [55—59]. На рис. 19 показана зависимость удлинения от величины показателя m для некоторых сверхпластичных сплавов, испытанных при температурах выше $0,5 T_{пл}$. Два главных фактора способствуют разбросу данных на графике. Одним из них является геометрия образца, которая оказывает большое влияние на сверхпластичное удлинение [55].

Построение кривых, приведенных на рис. 19, основано на эмпирическом уравнении [55]:

$$\delta, \% = 280m^2 (d_0/l_0) \cdot 100 \quad (13)$$

Для значения d_0/l_0 0,1 и 0,25 при этом отмечено, что данные расчета соответствуют разумным пределам для экспериментальных данных. Другим важным фактором, обуславливающим разброс данных, приве-

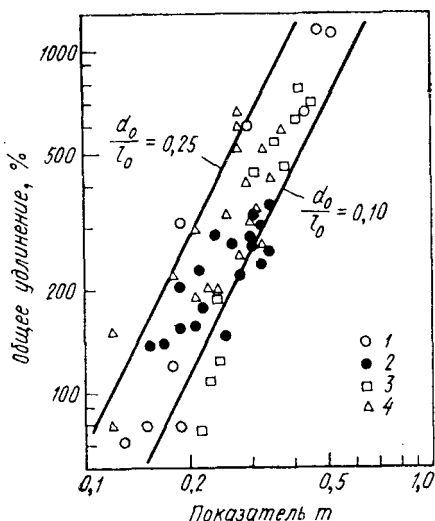


Рис. 19. Соотношение между величиной показателя m и удлинением различных сплавов с разной геометрией образца

Обозначение	Сплав	d_0/l_0	Литературный источник
1	Pb—Sn	0,20	[60]
2	Сталь	0,125	[61]
3	Pb—Sn	0,125	[55]
4	Pu	0,175	[58]

денных на рис. 19, является трудность выбора характерного значения показателя m , который часто изменяется в течение испытаний на растяжение. Установлено, что минимальное значение показателя m , измеренное в процессе испытаний, удовлетворительно согласуется с величиной удлинения, хотя можно также использовать и среднее значение показателя m .

Теоретические расчеты деформации сверхпластичных материалов были проведены Хартом [62], а также Эвери и Стюартом [63]. Эвери и Стюарт полагают, что в образце имеется начальная неоднородность, приводящая к образованию хорошо развитой шейки и в конечном счете к разрушению. Для измерения этой начальной неоднородности введен параметр α , равный отношению минимальной площади поперечного сечения к макси-

мальной в начале испытаний, тогда как величина β является тем же отношением на некоторой произвольной стадии испытаний, на которой средняя площадь поперечного сечения вне шейки A измерена. Получено следующее выражение:

$$A = \left(\frac{1 - \alpha^{1/m}}{1 - \beta^{1/m}} \right)^m A_0. \quad (14)$$

Полагая, что деформация вне области шейки достаточно равномерна, и не принимая в расчет вклад шейки в об-

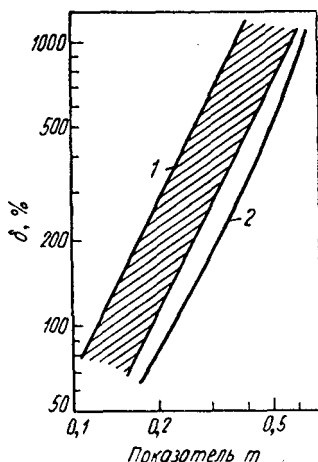


Рис. 20. Сравнение экспериментальных данных по зависимости удлинения от величины показателя m с теорией Эвери — Стюарта [63]:

1 — экспериментальные данные; 2 — теория (Эвери — Стюарт)

щее удлинение, можно получить следующее соотношение между удлинением и α , β и m :

$$\% \text{удлинения} = \left[\left(\frac{1 - \beta^{1/m}}{1 - \alpha^{1/m}} \right)^m - 1 \right] \cdot 100. \quad (15)$$

Для нахождения зависимости удлинения от величины показателя m значение α , характеризующее гладкость поверхности образца [55], было принято равным 0,99, а величина β выбрана равной 0,5, что близко к значению, при котором наблюдается¹ нестабильность типа II [54]. Результирующая кривая приведена на рис. 20, и ее сравнивают с двумя кривыми, приведенными ранее на рис. 19, построенными по экспериментальным точкам.

¹ При значении $\beta < 0,5$ происходит дополнительное небольшое сужение вне шейки.

Хотя теоретическая кривая имеет наклон, близкий к экспериментальным кривым, она смещена к более низким удлинениям вследствие того, что при расчетах не учитывался вклад шейки в общее удлинение. Для образцов, в которых вклад шейки был мал, т. е. отношение d_0/l_0 мало, получено хорошее соответствие теоретических и экспериментальных данных [55].

Список литературы

1. Considère A. Ann. Ponts et Chauss., 1885, 9, 574.
2. Martens A. Handbook for Testing Materials, 1st. Ed., John Wiley and Sons, 1899.
3. Unwin W. C. Proc. Inst. Civil Engrs., 1903, v. 155, p. 170.
4. Hsu T. C. a. o. Proc. Am. Soc. Testing Mat., 1965, v. 65, p. 874.
5. Morrison W. B. Trans. ASM, 1966, v. 59, p. 824.
6. Carreker R. P. Jr., Hibbard W. R. Jr. Acta Met., 1953, v. 1, p. 654.
7. Mayr P., Macherauch E. Zeit. Metallkunde, 1967, Bd. 58, S. 361.
8. Llewellyn D. T., Murray J. D. Iron and Steel Inst., Special Report, 86, 1964, p. 197.
9. Takahashi M., Suzuki A. Trans. Japan Inst. Met., 1968, v. 9, p. 547.
10. Keh A. S., Weissmann S. Electron Microscopy of Crystals, Interscience, 1963, p. 231.
11. Edington J. W., Smallman R. E. Acta Met., 1964, v. 12, p. 1313.
12. Conrad H. a. o. Mat. Sci. Eng., 1967, v. 2, p. 157.
13. Jones R. L., Conrad H. Trans. Met. Soc. AIME, 1969, v. 245, p. 779.
14. Gensamer M. Trans. ASM, 1946, v. 36, p. 30.
15. Bressanelli J. P., Moskowitz A. Trans. ASM, 1966, v. 59, p. 223.
16. Zackay V. F. a. o. Trans. ASM, 1967, v. 60, p. 252.
17. Edelson B. I., Baldwin W. M. Jr. Trans. ASM, 1962, v. 55, p. 230.
18. Crussard C. a. o. Proc. Int. Conf. Atomic Mechanisms Fracture, Swampscott, Mass., John Wiley and Sons, 1959, p. 524.
19. Chin G. Y. a. o. Trans. Met. Soc. AIME, 1964, v. 230, p. 437.
20. Miller D. R., Besag F. M. C. Proc. International Conf. on Fracture, Sendai, Japan, 1965, v 2, p. 711.
21. Coleman C. E., Hardie D J. Inst. Met., 1966, v. 94, p. 387.
22. Pickering F. B., Gladman T. Iron and Steel Inst. Special Report 81, 1963, p. 10.
23. Ball C. J. JISI, 1959, v. 191, p. 232.
24. Warrington D. H. JISI, 1963, v. 201, p. 610.
25. Baird J. D. JISI, 1966, p. 44.
26. Abson D. J., Jonas J. J. Met. Sci. J., 1970, v. 4, p. 24.
27. Carreker R. P. Jr., Hibbard W. R. Jr. J. Metals, 1957, v. 9, p. 1157.

28. Carreker R. P. Jr., *Trans. AIME*, 1957, v. 209, p. 112.
29. Koepke B. G., a. o. *Trans. ASM*, 1967, v. 60, p. 409.
30. Pugh J. W. *Trans. ASM*, 1955, v. 47, p. 984.
31. Carreker R. P. Jr., Guard R. W. *J. Metals*, 1956, v. 8, p. 178.
32. Smith R. L. a. o. *Trans. ASM*, 1954, v. 46, p. 973.
33. Krafft J. M. a. o. *J. Appl. Phys.*, 1957, v. 28, p. 379.
34. Nunes J., Larson E. R. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1963, v. 227, p. 1369.
35. Jolley W., Kottcamp E. H. *Trans. ASM*, 1966, v. 59, p. 439.
36. Leslie W. C., Sober R. J. *Trans. ASM*, 1967, v. 60, p. 99.
37. Bechtold J. H. *Acta Met.*, 1955, v. 3, p. 249.
38. Nunes J. a. o. *Advances in Cryogenic Engineering*, 1964, *Cryogenic Engr. Conf.*, Plenum Press, 1965, p. 102.
39. Bernstein I. M., Gensamer M. *Acta Met.*, 1968, v. 16, p. 987.
40. Li J. C. M. *AIME Symposium, Interscience*, 1962, p. 213.
41. Orava R. N. *Proc. First Int. Conf. Center High Energy Forming*, University of Denver, 1967.
42. Krafft J. M. *Acta Met.*, 1962, v. 10, p. 85.
43. Jones P. G., Moore H. F. *Proc. ASTM*, 1940, v. 40, p. 610.
44. Baron H. G. *JISI*, 1956, v. 182, p. 354.
45. Austin A. L., Steidel R. F. Jr. *Proc. ASTM*, 1959, v. 59, p. 1292.
46. Warren K. A., Reed R. P. *National Bureau of Standards, Monograph 63*, June 28, 1963.
47. Chapman J. A., Wilson D. V. *J. Inst. Metals*, 1962, v. 91, p. 39.
48. Backofen W. A. a. o. *Trans. ASM*, 1964, v. 57, p. 980.
49. Geil G. W., Carwile N. L. *J. Res. National Bureau of Standards*, 1950, v. 45, p. 129.
50. Bechtold J. H. *J. Metals*, 1953, v. 5, p. 1469.
51. Bechtold J. H., Shewmon P. G. *Trans. ASM*, 1954, v. 46, p. 397.
52. Hahn G. T. a. o. *Welding Research Suppl.*, 1959, p. 367.
53. Rosenfield A. R., Owen W. S. *J. Inst. Metals*, 1962, v. 91, p. 117.
54. Holzmann M. *JISI*, 1966, v. 204, p. 739.
55. Morrison W. B. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 2221.
56. Garfinkle M. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, v. 245, p. 303.
57. Lee D., Backofen W. A. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 1039.
58. Dahlgren S. D. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 126.
59. Woodford D. A. *Trans. ASM*, 1969, v. 62, p. 291.
60. Avery D. H., Backofen W. A. *Trans. ASM*, 1965, v. 58, p. 551.
61. Morrison W. B. *Trans. ASM*, 1968, v. 61, p. 423.
62. Hart E. W. *Acta Met.*, 1967, v. 15, p. 351.
63. Avery D. H., Stuart J. M. *Surfaces and Interfaces II: Physical and Mechanical Properties*, Syracuse University Press, 1968, p. 371.

Х. КОНРАД

МОДЕЛЬ ДЕФОРМАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ ДЛЯ ОБЪЯСНЕНИЯ ВЛИЯНИЯ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРНА НА НАПРЯЖЕНИЕ ТЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛОВ

В общем случае прочность металлов возрастает с уменьшением размера зерна. Найдено, что часто эта зависимость следует хорошо известному соотношению Холла — Петча [1, 2]:

$$\sigma = \sigma_i + Kd^{-1/2}, \quad (1)$$

где σ — предел текучести при растяжении или напряжение течения;
 d — размер зерна;
 σ_i и K — параметры, характеризующие данный материал.

Армстронгом и др. [5] показано, что уравнение (1) может относиться и к пределу текучести, и к напряжению течения, превышающему предел текучести.

Для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения металлов предложено две модели: модель скопления дислокаций Холла [1] и Петча [2] и модель деформационного упрочнения Конрада [4, 5], Микина и Петча [6] (рис. 1 и 2).

В модели Холла и Петча размер зерна оказывает влияние на число дислокаций n , скапливающихся на отрезке длиной L между источником дислокаций внутри зерна и границей, что в свою очередь влияет на концентрацию напряжения τ_q у головной дислокации скопления, которое вызывает размножение или движение дислокаций в точке A непосредственно перед скоплением или в точке B , отстоящей на расстоянии l от него. Согласно Коттрелу [7], концентрация напряжения в точке A определяется выражением:

$$\tau_q(A) = n(\tau - \tau_i), \quad (2)$$

где τ — приложенное напряжение сдвига¹;
 τ_i — напряжение трения в плоскости скольжения, препятствующее движению дислокаций. Можно показать [7], что число дислокаций в скоплении

$$n \approx \frac{2L}{b} \left(\frac{\tau - \tau_i}{\mu} \right), \quad (3)$$

где b — величина вектора Бюргерса;
 μ — модуль сдвига.

¹ Примем $\tau = 1/2 \sigma$ и модуль сдвига $\mu = 3/8 E$, где E — модуль Юнга. *Прим. авт.*

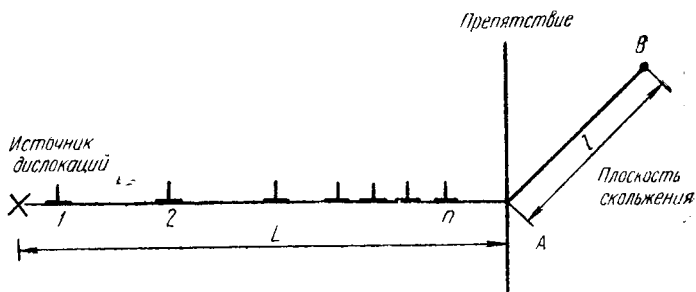


Рис. 1. Схематическое изображение скопления дислокаций

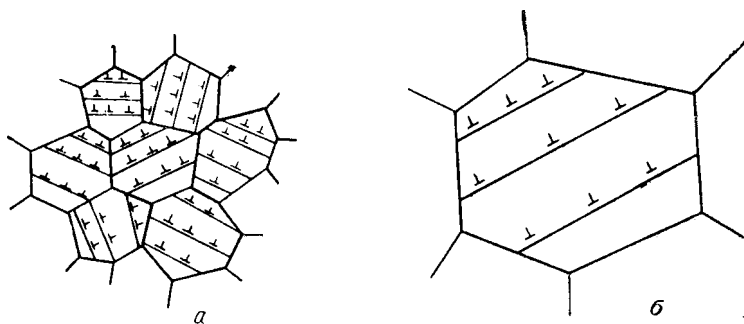


Рис. 2. Схема модели деформационного упрочнения для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения металлов (степень деформации одинакова):

a — мелкозернистый образец; *б* — крупнозернистый образец

Отсюда

$$\tau_q(A) = \frac{2L}{b\mu} (\tau - \tau_i)^2. \quad (4)$$

Аналогично может быть показано [7], что в точке *B*

$$\tau_q(B) = \left[1 + \left(\frac{L}{l} \right)^{1/2} \right] (\tau - \tau_i). \quad (5)$$

Если принять, что $L \approx \frac{1}{2}d$, где d — среднее значение диаметра зерна, а текучесть или пластическое течение происходят при некотором постоянном значении напряжения τ_c , то из уравнений (4) и (5) при $\frac{L}{l} \gg 1$ следует, что

$$\tau = \tau_i + kd^{-1/2}, \quad (6)$$

где $k = \sqrt{\mu b \tau_c}$ для точки *A*; $k = \tau_c \sqrt{2l}$ для точки *B*. Уравнение (6) эквивалентно соотношению Холла — Петча (1).

Напряжение трения τ_i в уравнении (6) можно рассматривать состоящим из двух компонент [8]: термической компоненты τ^* , обусловленной короткодействующими препятствиями для перемещения дислокаций в плоскости скольжения, и атермической компоненты τ_μ , обусловленной далекодействующими препятствиями. Тогда

$$\tau_i = \tau^* + \tau_\mu . \quad (7)$$

Компоненту τ_μ можно разделить на две составляющие: $\tau_{\mu\rho}$ и τ_{μ_0} , обусловленные действием соответственно дислокаций вне плоскости скольжения и всех остальных дефектов кристаллической решетки.

Составляющую далекодействующего напряжения $\tau_{\mu\rho}$, обусловленную присутствием других дислокаций, можно записать [9] в виде:

$$\tau_{\mu\rho} = \alpha\mu b\rho^{1/2} , \quad (8)$$

где α — постоянная порядка 0,1—1,0.

Принимая во внимание все компоненты напряжения трения τ_i , уравнение (6) можно представить в виде развернутого выражения:

$$\tau = \{\tau^* + \tau_{\mu_0} + \alpha\mu b\rho^{1/2}\} + kd^{-1/2} . \quad (9)$$

В модели деформационного упрочнения предполагается, что при данной степени деформации плотность дислокаций в образце с мелким зерном выше, чем с крупным, и это приводит к большему среднему внутреннему напряжению и, следовательно, к большему напряжению течения у такого материала. Таким образом, в этой модели величина зерна влияет на напряжение течения материала косвенно благодаря воздействию масштабного фактора на плотность дислокаций. Кроме того, в этой модели придается особое значение перемещению дислокаций на всем протяжении зерна, а не только их поведению в непосредственной близости от границы.

В модели деформационного упрочнения соотношение Холла — Петча получается следующим образом. Напряжение течения, определяющее перемещение дислокаций в пределах каждого зерна, рассматривается состоящим только из термической и атермической компонент:

$$\tau = \tau^* + \tau_\mu . \quad (10)$$

Снова τ_μ можно представить в виде суммы $\tau_{\mu\rho} + \tau_{\mu_0}$, где $\tau_{\mu\rho} = \alpha\mu b\rho^{1/2}$.

Тогда

$$\tau = \tau^* + \tau_{\mu_0} + \alpha\mu b\rho^{1/2} . \quad (11)$$

Как было отмечено Конрадом [4], соотношение Холла — Петча получается из уравнения (11) в случае, если при данной степени деформации плотность дислокаций в материале пропорциональна величине, обратной диаметру зерна.

Такая зависимость плотности дислокаций от величины зерна может быть получена, если считать, что величина эта влияет главным образом на среднюю длину свободного скольжения [5, 10]. Полагая, что деформация сдвига

$$\gamma = \rho bs, \quad (12)$$

где ρ — плотность дислокаций;

s — среднее расстояние, на которое перемещаются дислокации, и считая в первом приближении

$$s \approx Cd, \quad (13)$$

где C — постоянная,

получаем искомую зависимость комбинацией уравнений (12) и (13):

$$\rho \approx \rho_0 + \frac{\gamma}{bCd}. \quad (14)$$

В данном случае ρ_0 — начальная плотность дислокаций. Подставляя значение ρ в уравнение (11), получаем:

$$\tau \approx \tau^* + \tau_{\mu_0} + \alpha\mu b \left(\rho_0 + \frac{\gamma}{bCd} \right)^{1/2}. \quad (15)$$

Полагая $\rho_0 \ll \frac{\gamma}{bCd}$, уравнение (15) приводим к виду:

$$\tau \approx \tau^* + \tau_{\mu_0} + \alpha\mu \left(\frac{b}{C} \right)^{1/2} \gamma^{1/2} d^{-1/2}, \quad (16)$$

эквивалентному соотношению Холла — Петча с $\tau_i = \tau^* + \tau_{\mu_0}$ и

$$k = \alpha\mu (b/C)^{1/2} \gamma^{1/2}.$$

Это один из способов определения зависимости $\rho = f(d^{-1})$, приводящий к соотношению Холла — Петча. Ли [11] предлагает другой подход, основывающийся на предположении, что дислокации генерируются выступами границ зерен. Если считать, что плотность расположения выступов не изменяется от зерна к зерну и не зависит от его диаметра, то число дислокаций, генерируемых за единичную деформацию, будет пропорционально площади поверхности границ зерен. Из этого следует, что при малой пластической деформации плотность дислокаций ρ обратно пропорциональна диаметру зерна d .

Эшби предлагает третью модель, приводящую к обратной пропорциональности между плотностью дислокаций и величиной зерна. Он полагает, что зависимость такого вида непосредственно следует из рассмотрения плотности дислокаций, требуемой для уравнивания неравномерной деформации, которая должна происходить в соседних зернах в процессе деформации поликристаллического материала.

Таким образом, при деформации поликристаллического материала можно ожидать обратную зависимость между ρ и d , приводящую в свою очередь к соотношению Холла — Петча в модели деформационного упрочнения. Однако необходимо отметить, что эта модель в ее общем виде не требует существования соотношения Холла — Петча, т. е. прямой зависимости напряжения течения от диаметра зерна. Достаточно, чтобы его влияние было косвенным, оказывая воздействие на плотность дислокаций при данной степени деформации и, следовательно, на внутренние напряжения в материале. Если $\rho \approx d^{-1}$ или, что одно и то же, $\rho^{1/2} \approx d^{-1/2}$, то это приводит к соотношению Холла — Петча.

Из сравнения уравнений (9) и (11) следует, что в любом конкретном случае возможно опытным путем выяснить, применима ли здесь модель скопления дислокаций или модель деформационного упрочнения. В первом случае зависимость напряжения течения от $\rho^{1/2}$ для образцов с разной величиной зерна должна давать серию параллельных прямых с наклоном α и отсекаемыми на оси ординат отрезками $(\tau^* + \tau_{\mu_0} + kd^{-1/2})$. Таким образом, линии будут смещены друг относительно друга на величину $k(\Delta d)^{-1/2}$.

Для модели деформационного упрочнения эта же зависимость должна давать одну прямую для всех размеров зерна с наклоном α и отсекаемым на оси ординат отрезком $(\tau^* + \tau_{\mu_0})$. Кроме того, если в этом случае и зависимость напряжения течения от размера зерна подчиняется соотношению Холла — Петча, то постоянные τ_i и k , вычисляемые по данным измерений плотности дислокаций — Уравнение (15), должны соответствовать величинам, получаемым из результатов обработки кривых Холла — Петча.

До сих пор модель, рассматривающая скопления дислокаций, не имеет достаточного экспериментального подтверждения. Однако для модели деформационного упрочнения такое подтверждение, по-видимому, имеется, и в данной статье будут рассмотрены результаты, свидетельствующие об этом. На основе этой модели можно показать, что существует единственное соотношение между плотностью дислокаций и напряжением течения в форме уравнения (11), согласно которому напряжение течения не зависит от величины зерна, и что постоянные σ_i и K , определяемые из макроскопических измерений напряжения течения, согласуются с теми же величинами, получаемыми из измерений плотности дислокаций.

Экспериментальные результаты

Влияние величины зерна на напряжение течения металлов

На рис. 3 и 4 приведены примеры кривых Холла — Петча, показывающих влияние величины зерна на напряжение течения металлов (химический состав ниобия и титана дан в табл. 1). Видно, что для деформированного растяжением ниобия (см. рис. 3) напряжение почти не зависит от степени деформации, в то время как ко-

Рис. 3. Зависимость напряжения течения предварительно деформированного растяжением ниобия от величины зерна. Испытания при 27° С со скоростью деформации 10^{-4} сек $^{-1}$ [10]. Степень предварительной деформации:

1 — $\varepsilon = 9\%$; 2 — 4% ; 3 — 1%

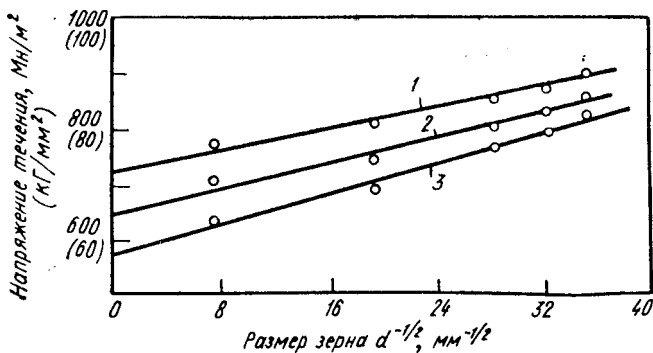
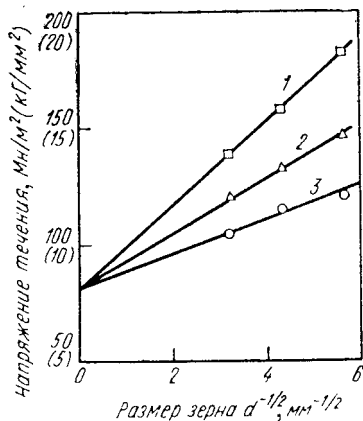


Рис. 4. Зависимость напряжения течения предварительно деформированного растяжением титана А-70 от величины зерна [13]. Испытания при 27° С со скоростью $\dot{\varepsilon} = 3 \times 10^{-4}$ сек $^{-1}$. Содержание примесей в титане 1% $O_{Экв}$:

1 — $\varepsilon = 8\%$; 2 — 4% ; 3 — 2%

Таблица 1

Химический состав ниобия и титана, % (по массе)

Материал	O $_2$	C	N $_2$	H $_2$	Fe
Ниобий	0,0060	0,0010	0,0045	0,0006	—
Титан иодидный	0,0030	0,0018	0,011	0,0018	—
Титан А-70	0,2830	0,0025	0,025	0,0067	0,37

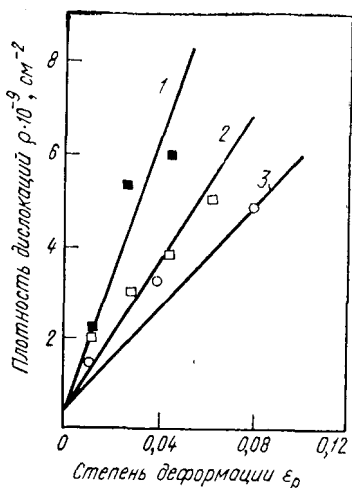


Рис. 5. Плотность дислокаций в образцах ниобия с различной величиной зерна в зависимости от степени деформации. Растяжение при 27° С со скоростью $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-4}$ сек⁻¹ [10]. Размер зерна, мкм:

1 — 32; 2 — 54; 3 — 96

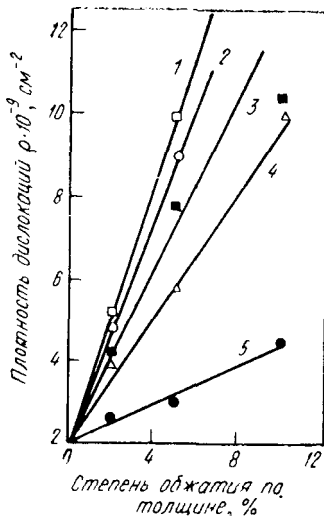


Рис. 6. Плотность дислокаций в фольгах ниобия с разной величиной зерна в зависимости от степени деформации [12]. Деформирование прокаткой при 27° С. Размер зерна, мкм:

1 — 32; 2 — 54; 3 — 120; 4 — 330; 5 — 435

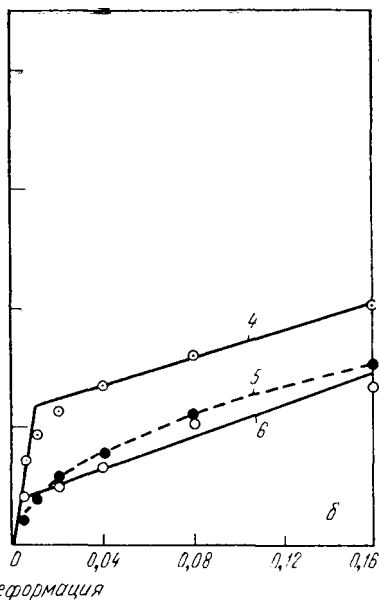
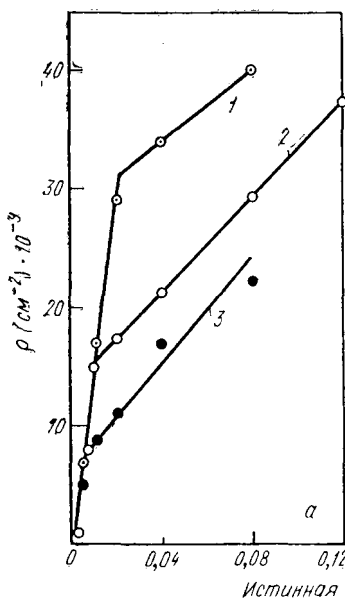


Рис. 7. Зависимость плотности дислокаций в α-титане марки А-70 (а) и ниобидном титане (б) в зависимости от степени деформации материалов с различной величиной зерна. Деформирование растяжением при 27° С со скоростью $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4}$ сек⁻¹. Размер зерна, мкм:

1 — 0,8; 2 — 2,6; 3 — 18; 4 — 1,1; 5 — 28; 6 — 3,3

эффицент K с ее увеличением возрастает. Подобное поведение наблюдалось и для ниобия, деформированного прокаткой [12]. Совершенно противоположная тенденция обнаруживается в поведении титана (рис. 4). Данные по другим металлам [3, 6, 14] указывают на то, что обычно напряжение σ_i возрастает с увеличением степени деформации, тогда как в изменениях коэффициента K не обнаруживается никакой определенной закономерности.

Влияние степени деформации на плотность дислокаций

На рис. 5—7 показаны примеры влияния степени деформации металла на плотность дислокаций ρ (измеряемую методом электронной микроскопии тонких фольг на просвет). Очевидно, что влияние это зависит от величины зерна. При деформациях, превышающих примерно 1%, полученные экспериментальные данные весьма точно описываются соотношением

$$\rho \approx \rho_0 + A\epsilon.$$

Для ниобия начальная плотность дислокаций ρ_0 от величины зерна, по-видимому, почти не зависит, в то время как коэффициент A возрастает с уменьшением размера зерна. Подобным образом ведут себя железо [15, 16] и ванадий [17] — металлы с о. ц. к решеткой. В случае титана (г. п. у. решетка) величина A почти не зависит от размера зерна, а ρ_0 повышается с уменьшением его.

Зависимость напряжения течения от плотности дислокаций

На рис. 8 и 9 приведены зависимости напряжения течения от корня квадратного из плотности дислокаций для ниобия и титана. Очевидно, что, за исключением иодидного титана с величиной зерна 28 $\mu\text{м}^*$, для любого другого материала экспериментальные точки лежат на одной прямой независимо от величины зерна. Такое поведение наблюдалось у Fe [15, 16] и V [17].

В табл. 2 сведены значения величин $\tau_f = \tau^* + \tau_m$ и α ряда металлов, определенные различными авторами из графиков зависимости напряжения течения от

* Форма кривой напряжение — деформация для этого материала была необычной [13]. *Прим. авт.*

$\rho^{1/2}$. Отметим, что величина α имеет значения в соответствии с теорией деформационного упрочнения [9].

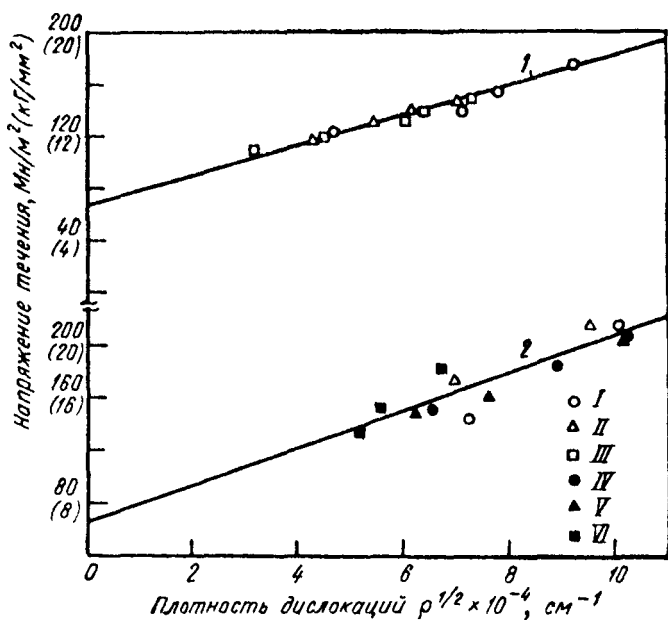


Рис. 8. Напряжения течения нибоя холодотянутого (1) и холод-локатаного (2) в зависимости от плотности дислокаций. Испыта-ния при 27° С со скоростью деформации окло 10^{-4} сек $^{-1}$

Обозначение	Величина зерна, мкм	Обозначение	Величина зерна, мкм
I	32	IV	120
II	54	V	330
III	96	VI	435

Таблица 2

Величины τ_f и α для ряда поликристаллических металлов при 27° С

Металл	τ_f , Мн/м 2 (кг/мм 2)	α	Литера-турный источник
<i>Г. ц. к. металлы</i>			
Серебро	—	0,50	[19]
Медь	—	0,50	[18]

Металл	τ_f , Мн/м ² (кг/мм ²)		α	Литературный источник
<i>О. ц. к. металлы</i>				
Ванадий	162	(16,2)	0,43	[17]
Ниобий	33	(3,3)	0,53	[10]
Ниобий (прокатка)	33	(3,3)	0,67	[10]
Тантал	75 ÷ 108	(7,5 ÷ 10,8)	0,07 ÷ 0,34	[20]
Железо	—	—	0,38	[15]
Железо	—	—	0,28	[16]
<i>Г. п. у. металлы</i>				
Титан А-70	200	(20)	0,97	[13]
Титан иодидный	50	(5)	0,71	[13]

Примечание. $\tau_i = 1/2 \sigma_f$; $\mu = 3/8 E$ (E — модуль Юнга).

Кроме того, значение τ_f в каждом случае согласуется с теоретическими величинами, получаемыми на основе рассмотрения движения дислокаций [8, 21].

Обсуждение результатов

Мы установили, что независимо от величины зерна напряжение течения материала возрастает линейно в функции корня квадратного из плотности дислокаций. Это подтверждает модель деформационного упрочнения, принимаемую для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения. Кроме того, дополнительным подтверждением этой модели является соответствие значений τ_f и α , получаемых из зависимости $\tau = f(\rho^{1/2})$, теоретическим значениям, вычисляемым по модели деформационного упрочнения.

Для дополнительной проверки этой модели необходимо сравнить значения параметров τ_i и k из экспериментов по влиянию величины зерна на напряжение течения металлов со значениями, получаемыми из результатов измерений плотности дислокаций¹. Однако в том случае, когда ρ_0 сравнимо с $A\epsilon$, возникает некоторая трудность в определении постоянных Холла — Петча непосредственно из уравнения (15). Для приближенного графического решения задачи необходимо построить график зависимости $\rho^{1/2} \approx f(d^{-1/2})$ стараясь как можно точнее провести прямую через экспериментальные точки. По наклону этой линии можно определить коэффициент K , а по отсекаемому на оси ординат отрезку — величину σ_i .

На рис. 10 и 11 представлены графики функций $\rho^{1/2} \approx f(d^{-1/2})$ для ниобия и титана. Приведенные данные в каждом случае удо-

¹ Используя уравнение (15).

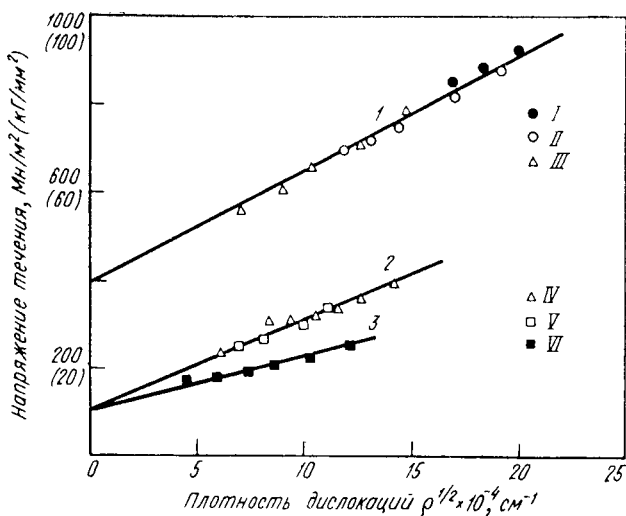


Рис. 9. Напряжение течения титана в зависимости от плотности дислокаций. Деформация при 27° С со скоростью 3×10^{-4} сек $^{-1}$. Величина зерна, мкм: I — 0,8; II — 2,6; III — 18; IV — 1,1; V — 3,3; VI — 28

Обозначение	Титан	Содержание O ₂ , %	Уравнение
1	A-70	1	$\sigma = 40 + 0,73 E b \rho^{1/2}$
2	Иодидный	0,09	$\sigma = 10 + 0,53 E b \rho^{1/2}$
3	»	0,09	—

влетворительно совпадают с прямой, задаваемой уравнением

$$\rho^{1/2} = \rho_a^{1/2} + B d^{-1/2}. \quad (17)$$

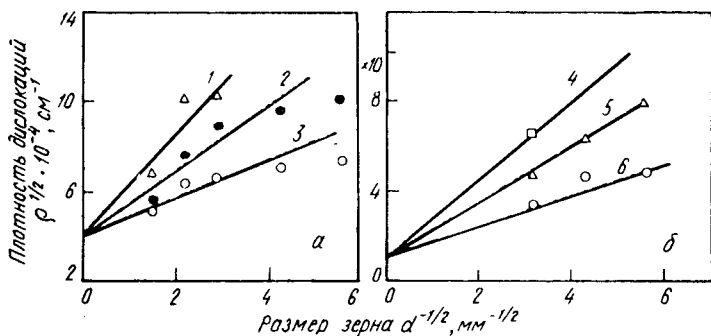


Рис. 10. Плотность дислокаций в холоднокатаном (а) и деформированном растяжением (б) ниобии при 27° С в зависимости от величины зерна. Степень деформации, %:

1 — 10; 2 — 5; 3 — 2; 4 — 9; 5 — 4; 6 — 1

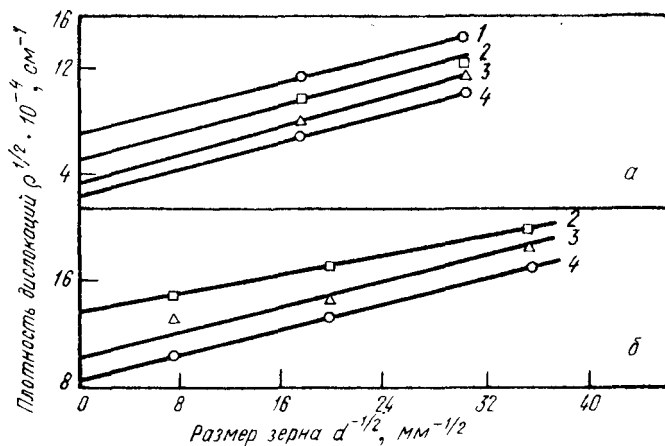


Рис. 11. Плотность дислокаций в холоднокатаном иодидном титане (а) и титане марки А-70 (б) при 27° С в зависимости от величины зерна. Деформирование со скоростью $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-4}$ сек⁻¹. Степень деформации, %: 1 — 16; 2 — 8; 3 — 4; 5 — 2

Таблица 3

Сравнение значений σ_i и K , вычисленных по результатам дислокационных измерений, со значениями, полученными из графиков Холла—Петча

Материал	Деформация, %	σ_i		K	
		$\sigma \approx f(d^{-1/2}),$ Мн/м ² (кг/мм ²)	$\rho^{1/2} \approx f(d^{-1/2}),$ Мн/м ² (кг/мм ²)	$\rho^{1/2} \approx f(d^{-1/2}),$ Мн/м ^{3/2} (кг/мм ^{3/2})	$\rho^{1/2} \approx f(d^{-1/2}),$ Мн/м ^{3/2} (кг/мм ^{3/2})
Ниобий	1	80 (8)	80 (8)	0,24 (0,76)	0,32 (1,03)
	4	80 (8)	80 (8)	0,37 (1,20)	0,38 (1,23)
	9	80 (8)	80 (8)	0,56 (1,80)	0,60 (1,95)
Ниобий (прокатка)	2	120 (12)	120 (12)	0,37 (1,20)	0,38 (1,22)
	5	120 (12)	120 (12)	0,67 (2,14)	0,67 (2,14)
	10	120 (12)	120 (12)	0,95 (3,08)	1,01 (3,27)
Титан А-70	2	580 (58)	600 (60)	0,21 (0,67)	0,20 (0,62)
	4	650 (65)	650 (65)	0,19 (0,60)	0,20 (0,62)
	8	720 (72)	730 (73)	0,16 (0,50)	0,16 (0,50)
Титан иодидный	2	150 (15)	140 (15)	0,17 (0,53)	0,14 (0,47)
	4	170 (17)	170 (17)	0,16 (0,50)	0,15 (0,49)
	8	200 (20)	200 (20)	0,16 (0,50)	0,12 (0,41)
	16	230 (23)	240 (24)	0,17 (0,53)	0,14 (0,45)

В результате подстановки выражения (17) в уравнение (11) получим:

$$\tau = \tau^* + \tau_{\mu_0} + \alpha \mu b \rho_a^{1/2} + \alpha \mu b B d^{-1/2}. \quad (18)$$

Из сравнения уравнений (18) и (6) имеем:

$$\tau_i = \tau^* + \tau_{\mu_0} + \alpha \mu b \rho_a^{1/2} \quad (19)$$

и

$$k = \alpha \mu b B. \quad (20)$$

В табл. 3 значения σ_i и K , вычисленные согласно уравнениям (19) и (20), приведены наряду со значениями этих величин, определенными из графиков функций $\sigma = f(d^{-1/2})$. Совпадение между двумя группами величин вполне удовлетворительное.

Для дальнейшей проверки модели деформационного упрочнения значения коэффициента K , вычисленные по имеющимся в литературе данным измерений плотности дислокаций в поликристаллических меди [18], серебре [19], железе [15, 16], ванадии [17] и вольфраме [26], сравниваются в табл. 4 со значениями этого

Таблица 4

Сравнение значений параметра Холла — Петча K , определенных по результатам измерений плотности дислокаций, со значениями, полученными из кривых Холла — Петча

Металл	Деформация, %	K			
		$\rho \approx f(d^{-1/2}),$ Мн/м ^{3/2} (кг/мм ^{3/2})	литератур- ный источник	$\sigma \approx f(d^{-1/2}),$ Мн/м ^{3/2} (кг/мм ^{3/2})	литератур- ный источник
Серебро	0,5	0,13 (0,42)	[19]	0,07 (0,22)	[3]
	0,03	0,03 (0,10)	[19]	0,04—0,21 (0,12—0,66)	[22]
Медь	0,5	0,18 (0,57)	[18]	0,11 (0,36)	[3]
	0,2	0,12 (0,37)	[18]	0,07—0,12 (0,22—0,40)	[23]
Ванадий	3	0,11 (0,36)	[17]	0,11 (0,36)	[17]
Железо	0,2	0,20 (0,64)	[15]	0,21 (0,66)	[3]
	3	0,78 (2,50)	[15]	0,7 (2,20)	[25]
Вольфрам	0,2	1,03 (3,33)	[26]	1,1* (3,60)	[27]

* Подсчитано из данных рис. 1 работы [27].

коэффициента, определенными из кривых Холла — Петча. Вновь наблюдается хорошее совпадение теоретических и экспериментальных значений коэффициента K .

Список литературы

1. Hall E. O. *Physical Society of London Proceedings*, 1951, v. 64, p. 747—753.
2. Petch N. J. *Iron and Steel Institute Journal*, London, 1953, v. 174, p. 25—28.
3. Armstrong R. a. o. *Phil. Mag.*, 1962, v. 7, p. 45—58.
4. Conrad H. *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, Interscience, 1961, p. 299.
5. Conrad H. *Acta Met.*, 1963, v. 11, p. 75—77.
6. Meakin J., Petch N. *Symp. on the Role of Substructure in the Mechanical Behavior of Metals*, Florida, ASD-7DR-63-324, 1963, p. 243.
7. Коттрел А. Х. *Дислокации и пластическое течение в кристаллах*. Металлургиздат, 1958.
8. Conrad H. *J. Met.*, 1964, p. 582—88.
9. Wiedersich H. *J. Metals*, 1964, v. 16, p. 425—30.
10. Conrad H. a. o. *Mat. Sci. Eng.*, 1967—1968, v. 2, p. 157—68.
11. Li J. C. M. *Trans. AIME*, 1963, v. 11, p. 239—47.
12. Conrad H. a. o. *Proc. of Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys*, Tokyo, 1968, p. 482.
13. Jones R. L., Conrad H. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, v. 245, p. 779—89.
14. Marcinkowski M. J., Fisher R. M. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1965, v. 223, p. 293—98.
15. Keh A. S., Weissman S. *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, Interscience, 1963, p. 231.
16. Dingley D. J., McLean D. *Acta Met.*, 1967, v. 15, p. 885—901.
17. Edington J. W., Smallman R. E. *Acta Met.*, 1964, v. 12, p. 1313—28.
18. Bailey J. E. *Phil. Mag.*, 1963, v. 8, p. 223—36.
19. Bailey J. E., Hirsch P. B. *Phil. Mag.*, 1969, v. 5, p. 485—97.
20. Owen W. S. *Symp. on Role of Substructure in the Mechanical Behavior of Metals*, Florida, ASD-TR-63-324, 1963, p. 209.
21. Conrad H. *High-Strength Materials*. John Wiley and Sons, 1965, p. 436.
22. Mayr P., Macherauch E. *Zeit. Metallkunde*, 1967, Bd 58, S. 361—65.
23. Koster W., Speidel M. O. *Zeit. Metallkunde*, 1965, Bd 56, p. 585—98.
24. Lindley T. C., Smallman R. E. *Acta Met.*, 1963, v. 11, p. 361—71.
25. Conrad H., Schoeck G. *Acta Met.*, 1960, v. 8, p. 791—96.
26. Stephens J. R. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 634—40.
27. Owen W. S., Hull D. *Refractory Metals and Alloys II*, Interscience, 1963, p. 1.

Р. М. ПЕЛЛО

ВЛИЯНИЕ ВЕЛИЧИНЫ ЗЕРНА НА УСТАЛОСТЬ

Армстронг [1] сделал обзор результатов исследований по влиянию величины зерна на усталость поликристаллических материалов.

В большинстве работ предел усталости или усталостной прочности на базе 10^7 или 10^8 циклов определяется из классической $S-N$ кривой (кривая усталости Велера). Полученные результаты можно свести к следующему:

1. Циклическая прочность чистой меди и чистого алюминия от величины зерна не зависит [2].
2. Циклическая прочность латуни (Cu—Zn) [2—4] и предел усталости сталей [5, 6] с уменьшением ве-

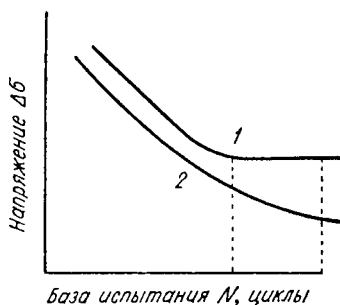


Рис. 1. $S-N$ кривые материалов с ярко (1) и слабо (2) выраженным пределом усталости



Рис. 2. Кривые деформационного упрочнения при циклическом (2, 3) и монотонном (1, 4) нагружении материала:

1, 2 — холоднодеформированное состояние; 3, 4 — отожженное состояние

личины зерна увеличиваются, подчиняясь соотношению Холла—Петча.

В работе сделана попытка дать обзор влияния величины зерна на усталость. При этом рассмотрено, каким образом величина зерна входит в уравнения, описываю-

щие контролирующие механизмы трех основных процессов при циклическом нагружении, а именно: деформационного упрочнения, зарождения трещины и ее распространения.

Поведение материала при испытаниях на усталость в настоящее время описывается, как правило, четырьмя следующими соотношениями:

$$N = f(\Delta\sigma) \text{ — уравнение } S-N \text{ кривой (см. рис. 1);} \quad (1)$$

$$\Delta\sigma = g(\Delta\varepsilon_p) \text{ (рис. 2).} \quad (2)$$

При циклическом нагружении кривая деформационного упрочнения имеет форму петли гистерезиса в координатах (σ, ε) , получаемой при испытании с постоянной амплитудой общей деформации после достиже-

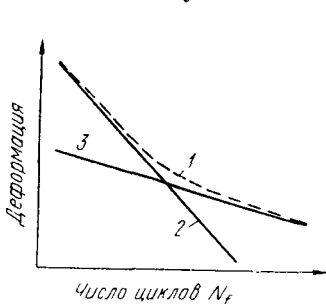


Рис. 3. Зависимость числа циклов до разрушения при малоциклового усталости от амплитуды общей (1), пластической (2) и упругой (3) деформаций



Рис. 4. Скорость роста усталостной трещины в зависимости от коэффициента интенсивности напряжения

ния стадии насыщения упрочнения либо разупрочнения. Уравнение малоциклового усталости при испытаниях с постоянной амплитудой пластической деформации имеет вид (рис. 3, 4):

$$N_f = h(\Delta\varepsilon_p); \quad (3)$$

$$\frac{dl}{dn} = q(\Delta K) \text{ (рис. 4).} \quad (4)$$

Скорость распространения трещины является функцией только величины коэффициента интенсивности напряжения ΔK ($\Delta K = \alpha \Delta\sigma l$).

Четыре приведенных соотношения характеризуют низкотемпературное механическое поведение материала-

ла при наложении циклических напряжений и деформаций. Скорость деформации и температурные эффекты они не учитывают. Чтобы понять механизмы усталости материалов, необходимо установить связь параметров механического поведения со структурными — типом кристаллической решетки, характером и плотностью несовершенств кристалла, величиной зерна, объемной долей и распределением вторых фаз.

В работе [7] показано, что одним из наиболее важных структурных факторов, влияющих на усталость



Рис. 5. Дислокационная структура в меди, подвергнутой малоцикловой усталости при высоких значениях амплитуды деформации

материала, является характер скольжения в материале. Влияние этого фактора исследовано главным образом на г. ц. к. металлах. При понижении энергии дефекта упаковки характер скольжения изменяется от волнообразного к плоскостному. В материалах с волнообразным скольжением при испытаниях с большой амплитудой деформации образуется хорошо выявляемая дислокационная ячеистая структура с размером ячеек, зависящим от напряжения насыщения. Такая типичная дислокационная структура, образовавшаяся в меди, по-

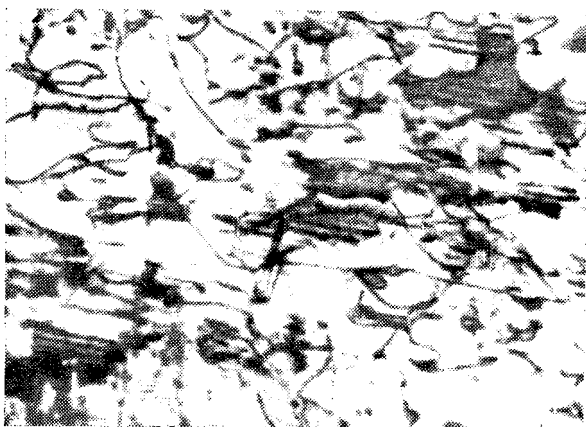


Рис. 6. Дислокационная структура в латуни 70-30 после испытаний на малоцикловую усталость

казана на рис. 5. Размер ячеек определяется условиями циклического упрочнения и не зависит от величины зерна. В материалах с плоскостным характером скольжения, таких как сплавы Cu—Al или Cu—Zn, ячеистая структура никогда не образуется; дислокации собираются в плоские образования, обычно пронизывающие все зерно. На границе зерна ориентация этих образований, естественно, изменяется, и тогда величину зерна можно грубо оценить по длине сеток дислокационных образований. На рис. 6 представлена типичная картина распределения дислокаций после циклических испытаний латуни 70-30, являющейся материалом с типично плоскостным характером скольжения.

Учитывая зависимость характера распределения дислокаций от вида скольжения, можно предположить, что величина зерна должна оказывать большее влияние на усталость материалов с плоскостным скольжением, чем с волнообразным.

Распространение усталостной трещины

В условиях плоской деформации (без учета влияния вторичных факторов — окружающей среды, включений) механизм распространения усталостной трещины является процессом сдвига или скольжения у вершины тре-

щины [8]. Вследствие этого скорость распространения трещины должна быть непосредственно связана со смещением вершины трещины (СВТ), т. е.

$$\frac{dl}{dn} = A(\text{СВТ}) = A \frac{(\Delta K)^2}{2YE}, \quad (5)$$

где A — постоянная;
 Y — напряжение течения;
 E — модуль упругости;
 ΔK — коэффициент интенсивности напряжения.

Результаты многочисленных исследований роста усталостной трещины показывают, что скорость ее распространения определяется выражением:

$$\frac{dl}{dn} = B(\Delta K)^m, \quad (6)$$

где параметр m изменяется от 2 до 6 и равен приблизительно 4. Тогда уравнение (5) примет вид:

$$\frac{dl}{dn} = A(\text{СВТ})^{m/2} = \frac{A(\Delta K)^m}{(2YE)^{m/2}}, \quad (7)$$

где скорость роста представлена как степенная функция величины смещения вершины трещины.

Величина Y — это напряжение течения материала в пластической зоне у вершины трещины. Уровень этого напряжения можно определить из кривой упрочнения, получаемой при циклических испытаниях с возрастающей амплитудой пластической деформации. В материале с волнообразным характером скольжения с единственной циклической кривой напряжение — деформация [9] напряжение Y от величины зерна не зависит. Данные Хоппера [10] и Ботнера [11] для меди свидетельствуют об отсутствии влияния величины зерна на скорость роста трещины на второй стадии.

В материале с плоскостным характером скольжения напряжение Y с уменьшением величины зерна должно возрастать и скорость роста трещины вследствие этого снижаться. Мак-Ивли [12] установил, что величина зерна оказывает влияние на скорость роста трещины в сплаве $\text{Cu}+7,5\% \text{ Al}$. Однако Миллер [13] показал, что в сплавах $\text{Cu}-\text{Al}$ величина зерна не влияет на скорость роста трещины, если сравнивать последнюю ха-

рактическую в материалах с различной величиной зерна (при условии постоянства амплитуды пластической деформации). Разрушение таких сплавов носит межкристаллитный характер, чем можно объяснить независимость скорости роста трещины от величины зерна.

Уравнение (7) до некоторой степени ошибочно, поскольку из него следует, что чем выше прочность материала, тем меньше скорость роста усталостной трещины при данном значении ΔK . В соотношении между скоростью роста трещины и величиной смещения ее вершины необходимо учесть фактор пластичности материала. Миллер [14] ввел в уравнение (7) параметр вязкости разрушения K_{Ic} или фактор пластичности при растяжении ϵ_f :

$$\frac{dl}{dn} = \frac{A(\Delta K)^m}{(2YE)^{m/2}} \cdot \frac{1}{(K_{Ic} \text{ или } \epsilon_f)} \quad (8)$$

Фактор пластичности при усталости ϵ'_f (см. с. 227) является для анализируемого случая, видимо, более подходящим, чем фактор пластичности при растяжении ϵ_f . Однако величина зерна не должна влиять на скорость роста трещины посредством указанных факторов пластичности. Вебстер сообщил, что параметр K_{Ic} слабо зависит от величины зерна. Фактор пластичности при растяжении ϵ_f независимо от величины зерна контролируется процессом зарождения и коалесценции микропор.

Некоторые другие факторы, например относительная легкость поперечного скольжения вблизи границ зерна по сравнению с матрицей, могут привести к появлению зависимости скорости роста трещины от величины зерна. Имеются определенные доказательства того, что в алюминиевых сплавах фронт трещины задерживается на границе зерна. Однако это является уже эффектом второго порядка и для правильной его оценки необходимо поддерживать строго постоянными остальные параметры испытания.

Таким образом, можно сказать, что величина зерна мало влияет на скорость роста усталостной трещины. Это влияние сильнее проявляется в материалах с плоскостным характером скольжения.

Нераспространяющиеся трещины

На рис. 4 отмечено критическое значение коэффициента интенсивности напряжения ΔK_c ; при меньших значениях данного коэффициента усталостная трещина не будет распространяться. Финней [16] получил кривую для сплава 2024Т3, подобную изображенной на рис. 4, со значением ΔK_c порядка $3,1 \text{ Мн/м}^{3/2}$ ($10 \text{ кг/мм}^{3/2}$). Однако в той же серии испытаний для сплавов 7075 Т6 и 7178 Т6 критического значения ΔK не обнаружено.

По-видимому, в этих случаях отклонение от линейного характера кривой ($\Delta K, dl/dn$) обнаруживается при скоростях роста dl/dn ниже $25 \cdot 10^{-8} \text{ см/цикл}$ [т.е. 250 нм (25 \AA) за цикл].

Фрост [15] обнаружил, что краевая усталостная трещина длиной l в пластине, подвергаемой воздействию знакопеременного напряжения $\pm \Delta \sigma$, не возрастает, если коэффициент $\Delta \sigma^3 l$ меньше критической постоянной материала $C = \{(\Delta \sigma)^3 l\}$. Параметр $\Delta \sigma^3 l$ аналогичен ΔK_c , но он не учитывает размерного фактора. Считается, что смещение вершины нераспространяющейся трещины является совершенно упругим. Автор полагает, что представление о нераспространяющейся или заторможенной трещине нуждается в экспериментальном подтверждении¹.

Фрост [15] применил концепцию нераспространяющейся трещины к анализу $S-N$ кривой. Он полагает, что предел усталости определяется критической длиной трещины l_c , соответствующей окончанию первой (кристаллографической) и началу второй (нормальной) стадии роста трещины. Длина l_c определяется константой материала ($\Delta \sigma^3 l$) для нераспространяющихся трещин, так что

$$(\Delta \sigma_{\text{для предела усталости}})^3 l_c = C.$$

Значения критической длины l_c нераспространяющейся трещины, полученные Фростом для различных материалов, следующие:

¹ Эти эксперименты следует проводить при контролируемых условиях испытания.

Материал	Алюминий	Медь	Латунь	Низкоуглеродистая сталь
$l_c, \text{ мм}$	0,165	0,238	0,081	0,063

Предполагается [15], что при испытаниях на пределе усталости изменение глубины или критической длины трещины l_c есть величина порядка размера зерна. Следовательно, если критическое значение параметра $(\Delta\sigma^3 l)$ является константой материала, то предел усталости возрастает с уменьшением величины зерна. Изложенная концепция нераспространяющихся трещин подробно рассмотрена на с. 219—222, где рассмотрено влияние величины зерна на характер $S-N$ кривой.

Упрочнение при знакопеременном нагружении

Как показал Морроу [17], кривую деформационного упрочнения при циклическом нагружении, так же как и при монотонном нагружении, можно выразить степенной функцией

$$\sigma_a = \sigma_f \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2\varepsilon_p'} \right)^{n'}$$

где σ_a — амплитуда напряжения;

$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$ — амплитуда пластической деформации;

σ_f' — величина циклической прочности;

ε_p' — коэффициент пластичности при усталости.

Величина n' — показатель циклического деформационного упрочнения — имеет значения порядка 0,15 для материалов с волнообразным скольжением и $< 0,10$ для материалов с плоскостным скольжением.

В настоящее время опубликованных данных по влиянию величины зерна на циклическую кривую напряжение—деформация практически нет. Можно предположить, что это влияние подобно зависимости от величины зерна монотонной кривой напряжение—деформация, в соответствии с которой уменьшение величины зерна приводит к росту значений σ_f' . Однако, как установили Лэйрд и Фелтнер [9], определяющим фактором при циклическом деформационном упрочнении является характер скольжения. Для материалов с волнообразным скольжением независимо от их исходного струк-

турного состояния (холоднодеформированного или отожженного) циклическая кривая напряжение—деформация является единственной. Характер этой кривой зависит лишь от возникающей при циклических испытаниях субструктуры или размера ячеек. Следовательно, в таких материалах величина зерна оказывает незначительное влияние на циклическую кривую напряжение—деформация и напряжение σ'_f от величины зерна не зависит.

Коффин [18], Мэнсон [19] и Морроу [17] предполагают, что коэффициент пластичности при усталости равен или пропорционален обычной пластичности при монотонном нагружении до разрушения.

Ландграф предложил следующее уравнение для ϵ'_f :

$$\epsilon'_f = 0,002 \left(\frac{\sigma_f}{\sigma'_y} \right)^{1/n'}$$

где σ_f — напряжение разрушения при монотонном нагружении;

σ'_y — условный предел текучести $\sigma_{0,2}$ при циклическом нагружении.

Из уравнения Ландграфа следует, что для материалов с волнообразным скольжением коэффициент ϵ'_f слабо возрастает при уменьшении величины зерна (так как σ_f растет, а σ'_y остается постоянным). Для материалов с плоскостным скольжением коэффициент ϵ'_f почти не зависит от величины зерна при условии пропорционального изменения напряжений σ_f и σ'_y .

Хотя показатель деформационного упрочнения при монотонном нагружении n с уменьшением величины зерна снижается, обычно считают, что при циклическом нагружении показатель деформационного упрочнения n' от величины зерна совершенно не зависит.

Малоцикловая усталость

Амплитуда пластической деформации и число циклов до разрушения связаны соотношением Коффина:

$$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = \epsilon'_f (2N_f)^c,$$

где показатель C , по Морроу [17], равен

$$C = - \frac{1}{1 + 5n'}$$

Показатели n' и C от величины зерна не должны зависеть, но для материалов с волнообразным скольжением коэффициент ϵ_f слегка увеличивается с уменьшением размера зерна.

Как следствие этого, число циклов до разрушения при малоцикловых испытаниях будет увеличиваться с уменьшением величины зерна. Буттнер [11] приводит данные о том, что при изменении величины зерна чистого алюминия с 0,125 до 2,66 мм число циклов до разрушения уменьшилось с 1530 до 860. Эти испытания показали, что число циклов на стадии распространения трещины заметно не изменяется, но число циклов до зарождения трещины уменьшается с ростом величины зерна материала. Малоцикловая усталость представляет собой по существу стадию распространения трещины и потому от величины зерна она зависит не так сильно, как это предполагалось ранее.

В настоящее время нет удовлетворительной теории, которая объяснила бы влияние величины зерна на предел усталости материалов. Можно лишь рассмотреть и обсудить имеющиеся в литературе различные экспериментальные результаты¹.

Достоверно установлено, что при напряжениях ниже предела усталости микротрещины или изломы образуются из поперхностных полос скольжения. Форрест и Тейт [2] обнаружили, что длина этих микротрещин на первой стадии разрушения простирается лишь на величину одного зерна. При этом предполагается, что напряжение зарождения трещины путем сдвига меньше напряжения, необходимого для распространения трещины на второй стадии через первую встреченную границу зерна путем отрыва. В этом случае критическая длина трещины l_c , определенная Фростом, равна размеру зерна, и если параметр $C = (\Delta\sigma^3 l)$ есть константа материала, не зависящая от величины зерна, то предел усталости $\Delta\sigma_e$ будет увеличиваться с уменьшением последней.

Если заменить фактор Фроста на коэффициент интенсивности напряжения ΔK_e (учитывающий размерный фактор), то предел усталости будет изменяться обратно пропорционально корню квадратному из l_c , т. е. как (величина зерна)^{-1/2}.

Отсутствие достаточного числа фрактографических доказательств первой стадии роста трещин не позволяет в данный момент уверенно говорить о том, что на этой стадии область распространения трещины ограничивается пределами одного зерна, как это наблюдал Форрест.

¹ Мы используем термин «предел усталости» в целях дискуссии независимо от того, обладает материал пределом усталости или нет.

Другая трудность, связанная с определением длины критической трещины, состоит в том, что значения l_c , приводимые Фростом, по-видимому больше размера зерна. Приведенные на с. 226 значения l_c для алюминия больше, чем для латуни, и это свидетельствует о более сильной зависимости предела усталости алюминия от величины зерна по сравнению с латунью. Однако, как было установлено ранее, никакой зависимости предела усталости от величины зерна в случае чистого алюминия не наблюдается.

Иной подход к объяснению влияния величины зерна на предел усталости материала состоит в рассмотрении границы зерна как препятствия для скольжения. Йошикава [5] показал, что резкость перегиба $S-N$ кривой для железа зависит от величины зерна, т. е. от того, развивается или нет пластическое течение вне границ зерен. Можно учесть влияние препятствия, используя модель скопления дислокаций для пластического течения перед границей, поскольку известно, что предел усталости подчиняется соотношению Холла — Петча. Наклон графика зависимости предела усталости от $l^{-1/2}$ близок к наклону графика зависимости от $l^{-1/2}$ напряжения течения металлов. Исключения составляют алюминий и медь.

Механизм задерживания или передачи пластической деформации границей зерна зависит от характера скольжения. Для материалов с волнообразным скольжением дислокационная структура устойчивых полос скольжения под поверхностью образца состоит из вытянутых дислокационных ячеек. Работы Лауфера [20] и Лукаса [21], проведенные на меди, показали, что ячейки эти совершенно подобны сеткам, приведенным на рис. 5. Эти дислокационные сетки пересекают границы зерен и распространяются в соседние зерна. В материалах же с плоскостным характером скольжения дислокационные образования имеют протяженность только от вершины трещины до границы зерна, с которой сталкивается трещина. В материалах первого типа длина волны дальнедействующего поля напряжений равна размеру ячейки, тогда как в материалах второго типа длина такой волны равна размеру зерна.

Можно представить также, что характер скольжения в материале определяет величину пластической зоны у вершины трещины. Для материала с волнообразным скольжением эффективный размер пластической зоны на первой стадии роста равен размеру ячейки. В материалах с плоскостным скольжением пластическая зона распространяется на все зерно до границы. Так как смещение вершины трещины обуславливается размером пластической зоны, то оно зависит от размера зерна только в материалах с плоскостным скольжением. Смещение вершины трещины D определяется соотношением Виртмана [22]:

$$D = \frac{16(1-\nu)}{\pi\mu} Yl \left(\ln \frac{b}{l} \right), \quad (9)$$

где l — длина трещины;
 b — сумма длин трещины и пластической зоны;
 Y — напряжение течения.

Смещение вершины трещины зависит от величины зерна через значения Y и b , и эта зависимость более сильная для материалов с плоскостным скольжением. Величина смещения вершины трещины вблизи первой встретившейся границы зерна определяет, будет ли пластическая деформация в соседнем зерне достаточной для продолжения процесса роста трещины. Однако одним влиянием характера скольжения на зависимость предела усталости от величины зерна невозможно объяснить, почему в пластичной углеродистой и низкоуглеродистой сталях — материалах с типично волнообразным характером скольжения — предел усталости также сильно зависит от величины зерна.

На практике циклическая прочность материала часто оценивается по величине отношения предела усталости к пределу прочности при растяжении. Это отношение называется коэффициентом выносливости. Поскольку влиянию величины зерна предел прочности σ_b подвержен в меньшей степени, чем предел текучести, то этот коэффициент служит лишь относительным критерием циклической прочности. Эта связь усталостных свойств материала с его свойствами при растяжении является искусственной. Как показал Форрест [2], коэффициент выносливости для латуни увеличивается от 0,24 до 0,37 при уменьшении величины зерна от 0,28 до 0,018. Измельчение зерна — один из эффективных путей повышения циклической прочности.

В заключение следует отметить, что для объяснения влияния величины зерна на предел усталости требуется более детальное исследование механизмов роста трещины в переходной области между первой и второй стадиями разрушения.

Список литературы

1. Armstrong R. W. *Advances in Materials Research*, IV, Wiley, Interscience, 1969.
2. Forrest P. G., Tate A. E. *L. J. Inst. Met.*, 1964—1965, v. 93, p. 438.
3. Sinclair G. M., Craig W. J. *Trans. ASM*, 1952, v. 44, p. 929.
4. Okubo H. a. o. *J. Inst. Met.*, 1962—1963, v. 91, p. 95.
5. Yoshikawa A., Sugeno F. *Trans. AIME*, 1965, v. 233, p. 1314.
6. Klesnil M. a. o. *JISI*, 1965, v. 203, p. 47.
7. Feltner C. E., Laird C. *Trans. AIME*, 1969, v. 245, p. 1372.
8. Pelloux R. M. *Proc. Second International Conference on Fracture*, Brighton, England, 1969.
9. Feltner C. E. *Acta Met.*, 1967, v. 15, p. 1933.
10. Hoepfner D. W. *ASTM STP*, 1967, v. 415, p. 486.
11. Boettner R. C. a. o. *Trans. AIME*, 1965, v. 233, p. 379.
12. McEvily A. J., Boettner R. C. *Acta Met.*, 1962, v. 11, p. 725.
13. Miller G. A. a. o. 1966, v. 236, p. 1668.
14. Throop J. F., Miller G. A. *Optimum Fatigue Crack Resistance*, ASRM Committee E9, Atlantic City, 1969.
15. Frost N. E. *Proc. First International Conference on Fracture*, Sendai, Japan, 1965.
16. Feeney J. A. a. o. *The Boeing Company*, D6—60114, 1969.
17. Morrow J. *ASTM STP*, 1965, v. 378, p. 45.
18. Tavernelli J. F., Coffin L. F. *Trans. ASM*, 1969, v. 51, p. 438.

19. Manson S. S., Hirschberg M. H. Fatigue-An Interdisciplinary Approach, Syracuse University Press, 1964.
20. Laufer E. E., Roberts W. N. Phil. Mag., 1964, v. 10, p. 883.
21. Lucas P. a. o. Phys. Stat. Sol., 1966, v. 15, p. 71.
22. Weertmann J. Proc. First International Conference on Fracture Sendai, Japan, 1965.

УДК 669.017,3:539.42.

Е. У. ХАРТ

МЕЖЗЕРЕННОЕ РАЗРУШЕНИЕ

Возникающие при деформации повреждения на границах зерен снижают прочность поликристаллических металлов и сплавов, особенно при повышенных температурах. Такие повреждения могут возникать при проскальзывании зерен друг относительно друга и при отделении двух соседних зерен вследствие нарушения когезивности (сцепления). Обычно второй тип нарушения происходит в процессе растяжения очень прочных сплавов при малой суммарной пластической деформации. Такое хрупкое разрушение происходит при высоких нагружающих напряжениях и, как правило, при низких температурах. При высоких температурах нарушение когезивности может проявиться лишь после значительной деформации образца и при относительно малых напряжениях. В статье анализируется связь нарушения когезивности на границе зерна при высоких температурах с зернограницным проскальзыванием.

Описание явления

Основные признаки и особенности рассматриваемого явления подробно описаны в обстоятельной работе Серви и Гранта [1], в которой систематически исследованы ползучесть и разрушение алюминия различной чистоты в широком диапазоне температур испытаний. Основные результаты этого исследования представлены на рис. 1 и 2. На первом из них показана зависимость минимальной скорости ползучести высокочистого алюминия от приложенного напряжения при температурах испытания от 93 до 593°С и величинах зерна 0,05 и примерно 1 мм. На втором — аналогичные кривые для алюминия марок 2S и 3S при температурах испытания от 260 до 593°С. Оба рисунка иллюстрируют хорошо известное повышение наклона логарифмической кривой $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$, малого при высоких скоростях деформации и низких температурах и более крутого при меньших скоростях и повышенных температурах. Серви и Грант установили, что ползучесть на крутом участке рассматриваемой кривой связана с заметным зернограницным проскальзыва-

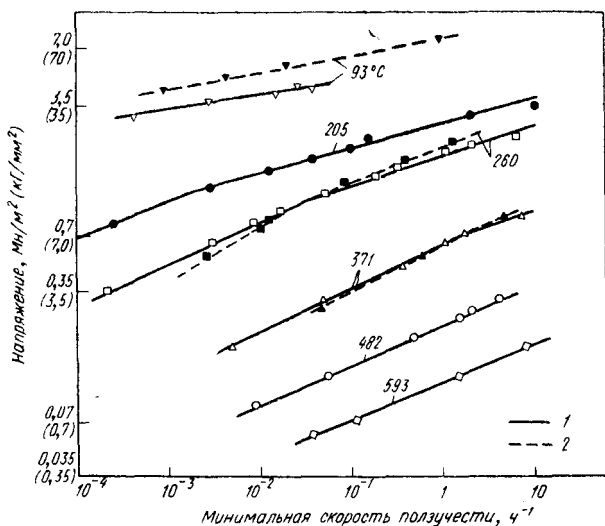


Рис. 1. Логарифмическая зависимость напряжения от минимальной скорости ползучести для высокочистого (99,995%) крупнозернистого (1) и мелкозернистого (2) алюминия [1]. Цифры у прямых — температура испытания

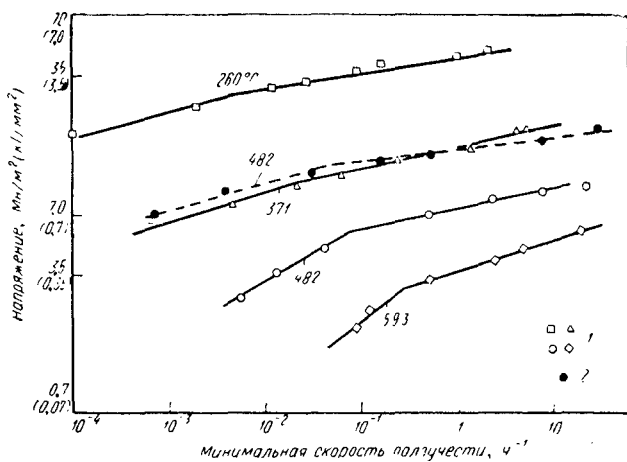


Рис. 2. Логарифмическая зависимость напряжения от минимальной скорости ползучести для алюминия марок 2S и 3S [1]: 1 — 99,3% Al (2S); 2 — 98,2% Al (3S)

нием. Более того, разрушение алюминия марок 2S и 3S на пологом участке вязкое, тогда как на участке с крутым наклоном оно межкристаллитное и относительное сужение образца при этом очень незначительно. Высокочистый алюминий был малопластичен при обоих режимах ползучести.

Особенности такого поведения материала в дальнейшем наблюдали во многих других системах [2]. Цель проводимого теоретического анализа явления — показать связь между зернограничным проскальзыванием и концентрациями напряжений, которые могут вызвать растрескивание по границам зерен. Мы не будем пытаться определять критерий зарождения или распространения трещины, так как понятие это сложное и противоречивое. Однако можно с уверенностью сказать, что всякий критерий должен в значительной мере зависеть от величины нормального напряжения, приложенного перпендикулярно к поверхности границы и вызывающего образование трещины, а также от степени повреждения, возникшего на этой поверхности в результате предыдущей деформации.

Скорость зернограничного проскальзывания

Харт [3] рассматривает зависимость скорости зернограничного проскальзывания от скорости деформации образца феноменологически, как сложную функцию последней: скорость деформации образца определяет уровень напряжения течения матрицы зерна, которая в свою очередь влияет на скорость проскальзывания. Он показал, что если скорость зернограничного проскальзывания v связана с касательным напряжением на границе σ_t линейно, в ньютоновой форме:

$$\sigma_t = Kv, \quad (1)$$

и что если зависимость напряжения течения матрицы зерна от скорости ее деформирования $\dot{\epsilon}_m$ имеет вид

$$\sigma = \sigma_0 \dot{\epsilon}_m^\mu, \quad (2)$$

то, учитывая надлежащим образом механическое взаимодействие границы и матрицы зерна, нетрудно вывести аналитическую зависимость напряжение — скорость деформации типа зависимости, найденной для эвтектического сплава Sn—Pb и других подобных сплавов. Такое решение было представлено на основе модели сетки волокон, обладающей ньютоновскими или не-ньютоновскими свойствами, определяемыми, соответственно уравнениями (1) и (2). Эти эквивалентные сетки

автор вывел из двух различных приближений к реальному процессу трехмерного течения материала. Оба приближения приводили к примерно одинаковой зависимости σ — $\dot{\epsilon}$ для поликристаллического материала, но никаких основных математических выкладок автор не

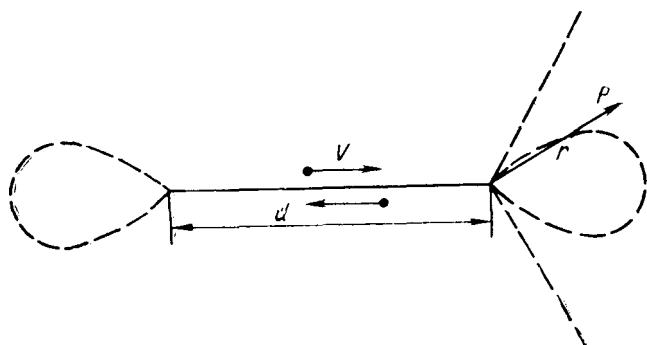


Рис. 3. Скользящая граница зерна. Справа показаны границы и матрица соседнего зерна

приводит. Рассматриваемый дальше анализ Харта приводит к модели, названной им «моделью серии волокон» и позволяет точно определять как величину $\dot{\epsilon}_g$ — вклад границ зерен в общую скорость деформации $\dot{\epsilon}$, так и напряжения, возникающие на стыке трех зерен.

При рассмотрении данной задачи как двухмерной (плоская деформация) будем считать, что граница ведет себя независимо. На рис. 3 изображен стык трех зерен в поперечном сечении. Сплошная линия изображает границу зерна шириной d , пунктирные линии, исходящие из концов, — границы соседнего зерна. Области у каждого из концов, ограниченные пунктирными линиями, являются локально ограниченными областями приспособления скоростей деформации матриц соединенных зерен. Точка P на расстоянии r от стыка границ является обычной точкой поля напряжений, генерируемого зернограницным проскальзыванием.

Определим, насколько ограничена скорость зернограницного проскальзывания. Рассмотрим только установившийся режим. В этом случае в нашем приближении скорость v должна быть постоянной на всей длине d . Далее, если при заданной скорости v напряжение

σ_g — приложенное извне к границе зерна напряжение сдвига, то истинное неравновесное (несбалансированное) напряжение τ на границе будет равно внешнему приложенному напряжению минус напряжение трения, определяемое величиной скорости v :

$$\tau = \sigma_g - Kv. \quad (3)$$

Кроме проявления склонности к равномерному скольжению, граница может вести себя как статическая сдвиговая трещина, находящаяся под действием напряжения τ и претерпевающая упругую деформацию до тех пор, пока напряжения, вызываемые релаксацией деформаций, не станут равными по величине и противоположными по знаку напряжению τ . Формально рассматриваемая задача подобна задаче для одномерного скопления краевых дислокаций (Лейбфрид и Хазен [4,5]).

Отсюда следует, что упругое напряжение в точке P определяется выражением

$$\tau(r) \approx \tau \left(\frac{d}{r} \right)^{1/2} \quad (4)$$

при малых значениях отношения r/d .

Соотношение (4) несколько неточно, так как вытекающая из него сингулярность напряжения τ физически невозможна; должен существовать эффект экранирования последующими стационарными распределениями дислокаций у стыка зерен и вблизи границы. Предполагаем, что в интересующей нас области материала экранирующее напряжение $\tau_s(r)$ пропорционально $\tau d^{1/2}$. Далее потребуем, чтобы скорость v была связана со скоростью сдвига в матрице $\dot{\gamma}$ соотношением

$$v = \int dy \dot{\gamma}. \quad (5)$$

Здесь пределы интегрирования берутся от точки ниже плоскости границы до симметричной точки выше этой плоскости: в обеих точках $\dot{\gamma} = 0$. Выражение для $\dot{\gamma}$ подобно уравнению (2):

$$\dot{\gamma} = [\tau_s(r)/\sigma_0]^{1/\mu}. \quad (6)$$

Тогда

$$v = \int dy [\tau_s(r)/\sigma_0]^{1/\mu} = \left(\frac{\tau}{\sigma_0}\right)^{1/\mu} \int dy f_s(r) \left(\frac{d}{r}\right)^{\frac{1}{2}\mu} =$$

$$= \left(\frac{\tau d^{1/2}}{\sigma_0}\right)^{\frac{1}{\mu}} \int dy f_s(r) r^{-1/2\mu}, \quad (7)$$

где $f_s(r)$ — неизвестный коэффициент экранирования.

Обозначим через $Y^{-1/\mu}$ интеграл в уравнении (7) и предположим, что он не зависит от d и τ и слабо зависит от μ . Преобразование уравнения (5) в уравнение (8) можно выполнить и более изящно, но какой-либо новой информации мы не получим. Итак:

$$\tau = \sigma_0 Y d^{-1/2} v^\mu; \quad (8)$$

$$\tau = \sigma_g - K v. \quad (3)$$

В результате замены, проведенной в этих уравнениях:

$$\dot{\epsilon}_g \equiv v/d \text{ и } \sigma_g \equiv C\sigma,$$

получим

$$\sigma = \left(\frac{1}{C}\right) \left[(Kd) \dot{\epsilon}_g + Y d^{\mu - \frac{1}{2}} \sigma_0 \dot{\epsilon}_g^\mu \right], \quad (9)$$

где C — геометрический фактор;

$\dot{\epsilon}_g$ — вклад зернограничного проскальзывания в общую скорость деформации ϵ .

Таким образом:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_m + \dot{\epsilon}_g \quad (10)$$

и

$$\sigma = \sigma_0 \dot{\epsilon}_m^\mu. \quad (2)$$

Учтем, что множитель $d^{\mu - \frac{1}{2}}$ зависит от допущений, сделанных в отношении коэффициента экранирования $f_s(r)$. Вероятно, эти допущения справедливы только для значений μ , малых по сравнению с $1/2$. Необходимо отметить, что эта проблема аналогична той, с которой сталкиваются при определении концентрации напряжений, связанных с распространением трещины.

Уравнения (2), (9), (10) имеют тот же вид, что и для «модели серии волокон» Харта.

Введем следующие обозначения:

$$k \equiv Kd/C; \quad (11)$$

$$y \equiv Yd^{\mu-1/2}; \quad (12)$$

$$\dot{\epsilon}_0 \equiv (y\sigma_0/k)^{\frac{1}{1-\mu}}. \quad (13)$$

и перепишем уравнения (2), (9), (10) в виде:

$$\sigma = y\sigma_0 \dot{\epsilon}_0^\mu [\dot{\epsilon}_g + \dot{\epsilon}_g^\mu]; \quad (14)$$

$$\sigma = \sigma_0 \dot{\epsilon}_0^\mu \dot{\epsilon}_m^\mu; \quad (15)$$

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_m + \dot{\epsilon}_g, \quad (16)$$

где $\dot{\epsilon}$, $\dot{\epsilon}_g$ и $\dot{\epsilon}_m$ — соответственно скорости общей деформации ϵ , зернограничного проскальзывания ϵ_g и деформации матрицы зерна ϵ_m , выраженные в единицах ϵ_0 . Изложенный анализ приводит к модели, характеризующейся четырьмя параметрами: σ_0 , μ , ϵ_0 и y . Из них два первых являются обычными характеристиками матрицы зерна и в нашей задаче являются независимыми параметрами. Два других связаны с зернограничным проскальзыванием и зависят от K , d и Y . Ожидаемая зависимость параметра y от величины зерна дается уравнением (12). Интересно выявить зависимость скорости деформации в переходной области ϵ_0 от величины зерна.

Подставляя выражения (11) и (12) в уравнение (13), получим:

$$\dot{\epsilon}_0 = (Y\sigma_0 C/K)^{\frac{1}{1-\mu}} \cdot d^{-(3/2-\mu)/(1-\mu)}. \quad (17)$$

Значения μ находятся в пределах 0,2—0,3 и соответственно показатель степени величины d изменяется от 1,6 до 1,7. Отметим также, что $\dot{\epsilon}_0$ зависит от напряжения σ_0 , характеризующего прочность матрицы, со степенным показателем $1/1-\mu$, который изменяется в пределах 1,25—1,43 при изменении μ в указанном выше диапазоне.

Для установления зависимости $\dot{\epsilon}_g$ от напряжения, последнее удобно выразить в единицах $\sigma_0 \dot{\epsilon}_0^\mu$, т. е. в еди-

ницах напряжения, вызывающего деформацию матрицы со скоростью $\dot{\epsilon}_0$. Обозначим это напряжение через s . Тогда

$$s = y(\dot{\epsilon}_g + \dot{\epsilon}_g^\mu); \quad (18)$$

$$s = \dot{\epsilon}_m^\mu. \quad (19)$$

Теперь легко представить графически $\dot{\epsilon}_m$ и $\dot{\epsilon}_g$ и их сумму $\dot{\epsilon}$ в зависимости от напряжения. Эти кривые показаны на рис. 4 в логарифмических координатах при значениях $\mu=0,25$ и $y=0,2$.

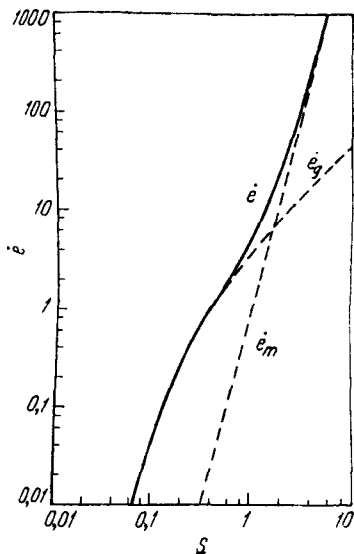


Рис. 4. Зависимость скорости деформации $\dot{\epsilon}$ от напряжения s в относительных единицах. Пунктир — зависимость от этого напряжения скорости деформации матрицы зерна $\dot{\epsilon}_m$ и скорость деформации по границе зерна $\dot{\epsilon}_g$

Растрескивание по границам зерен

Для нарушения когезивности на границах зерна, вероятно, требуется наличие высокого нормального растягивающего напряжения, действующего на границу, а также дефектов, действующих как зародыши трещин. Простые зависимости, установленные в предыдущем разделе, служат основой для определения напряжений, вызываемых зернограницным проскальзыванием, и величины этого проскальзывания как функции внешнего приложенного напряжения или общей скорости деформации.

Уравнение (4) определяет напряжения сдвига перед скользящей границей. Аналогично определяется нормальное напряжение σ_N на границе между соседними зернами. Поскольку нас интересует изменение σ_N при изменении приложенного напряжения σ или общей скорости деформации $\dot{\epsilon}$, то непосредственно из уравнения

(3) определяем величину σ_N , выраженную через напряжение τ . Из уравнений (3) и (9) следует:

$$\tau = C\sigma - Kd\dot{\epsilon}_g = Yd^{\mu-1/2} \sigma_0 \dot{\epsilon}_g^\mu = y\sigma_0 \epsilon_0^\mu \dot{\epsilon}_g^\mu. \quad (20)$$

В первом приближении о степени повреждения границы зерна судят по общей величине зернограницного проскальзывания, которую можно определить по величине отношения $\dot{\epsilon}_g$ к $\dot{\epsilon}$. На рис. 5 представлены значения $\dot{\epsilon}_g^\mu$

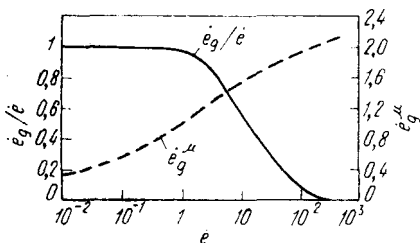


Рис. 5. Изменение отношения $\dot{\epsilon}_g/\dot{\epsilon}$ (сплошная кривая) и скорости $\dot{\epsilon}_g^\mu$ (пунктирная кривая) при изменении скорости общей деформации $\dot{\epsilon}$

в зависимости от e , определяющие величину τ и величину отношения $\dot{\epsilon}_g/\dot{\epsilon}$, характеризующую величину проскальзывания.

Согласно теории, нормальное напряжение непрерывно возрастает с повышением скорости деформации, в то время как доля зернограницного проскальзывания резко уменьшается вблизи $\dot{\epsilon} = 1$ от большого значения при низких скоростях деформации до очень малого при высоких скоростях. Если реальное поведение материала отвечает этой несколько упрощенной картине, то кажется вероятным, что после известной значительной деформации растрескивание по границам зерен преобладает при промежуточных скоростях деформирования и будет подавляться как при более высоких, так и при более низких скоростях. В пользу такого вывода говорит сильная зависимость зарождения дефектов от скольжения.

Менее ясной представляется роль концентрации напряжений. Во-первых, неясно, применим ли анализ, приводящий к уравнению (7), во всем диапазоне скоростей деформаций. В частности, влиянием скорости деформации матрицы $\dot{\epsilon}_m$ на течение у стыка трех зерен можно пренебречь. При высоких скоростях деформирования скорость $\dot{\epsilon}_m$ также велика и течение путем зернограницного проскальзывания может быть намного облегчено. Как пра-

вило, это понижает значение остаточного напряжения τ , оставляя величину e_g почти неизменной. Кроме того, некоторое ограничение зернограничного проскальзывания матрицей зерна, вероятно, обусловлено геометрическими и структурными неоднородностями, распределенными по всей площади поверхности границы зерна. Концентрации напряжений, как правило, возникают при более плотном расположении неоднородностей независимо от того, являются ли они более мелкими и более равномерно распределенными пространственно.

Эти замечания не столь существенны для определения величины e_g и установления ее зависимости от напряжения, но вызывают некоторое сомнение в справедливости выявленных зависимостей этих параметров от величины зерна. Наиболее обоснован вывод о том, что растрескивание по границам зерен при высоких скоростях деформации маловероятно из-за малой величины общего скольжения, а при очень низких скоростях растрескивание заторможено вследствие низкого общего уровня напряжения.

Структура границ зерен

Знание структуры границ важно для более правильного и полного понимания процесса скольжения. Если структура является высоко упорядоченной на значительной части поверхности границы, то необходимо предположить, что процесс зернограничного проскальзывания не может быть чисто локальным процессом (происходящим только на границе зерна), но должен включать в себя движение дефектов, подобных дислокациям. В таком случае процесс проскальзывания подобен процессу скольжения в матрице зерна и не следует ожидать, что процесс зернограничного проскальзывания будет иметь характер ньютоновского (вязкого) течения. Упорядоченная структура должна обладать высокой когезивной прочностью (связью между зернами). Напротив, если структура границы разупорядочена, можно ожидать проявления весьма легкого скольжения вязкого характера и сопровождающую его более низкую когезивную прочность.

Теоретически допустимо рассматривать границу зерен как двумерное образование из элементарных струк-

турных звеньев с упорядоченной, а также с разупорядоченной структурой. Так как вклад в зернограничную энергию такого единичного звена, вероятно, зависит от характера (структуры) соседних звеньев, то можно предположить существование между структурными звеньями некоторой энергии взаимодействия. Отсюда следует, что при определенной температуре граница претерпевает фазовое превращение по типу упорядочение — разупорядочение. Температура протекания этого превращения равна примерно $0,5 T_{пл}$. Это основано главным образом на том, что число связей атома с соседями, лежащими в одной плоскости, равно приблизительно половине числа связей атома с соседями в трехмерной решетке.

Доказательство существования фазового превращения границ зерен послужило бы основой для четкого физического объяснения различия в поведении металлов при высоко- и низкотемпературном деформировании. Однако ни прямых, ни косвенных подтверждений существования такого превращения не имеется. В случае подтверждения изложенных представлений методы химической или физической обработки материалов могли бы существенно видоизмениться.

Подобный подход был применен Хартом [6] для случая адсорбированных атомов растворенного вещества. В этом более простом случае можно показать, что характер двумерных фазовых превращений в известной мере аналогичен превращениям при обработках, применяющихся для поверхностного насыщения материалов. Харт считает, что фазовое превращение в слое с адсорбированными атомами примеси может быть причиной отпусковой хрупкости сталей.

Выводы, которые можно сделать на основе полученных к настоящему времени экспериментальных результатов не очень определены. Проблема сложна с теоретической и с экспериментальной точек зрения. Теоретический анализ не может быть полноценным ввиду отсутствия развитой теории разрушения материалов путем растрескивания по границам зерен. Совершенно очевидно, что для более детального расчета необходимо знание закономерностей протекания процессов, приводящих к зернограничному проскальзыванию. Такой анализ должен быть основан на реальных свойствах границы зер-

на, а также матрицы. Характер повреждений, возникающий при скольжении, неадекватен повреждениям, определяемым экспериментальными методами. Наконец, нет надежной экспериментальной методики определения действительной структуры границ зерен. Тем не менее, мы сделаем предварительный вывод о том, что растрескивание по границе зерна при высоких температурах зависит главным образом от степени повреждения, определяемой общей величиной скольжения, и что растрескивание происходит только тогда, когда дополнительно действуют концентраторы напряжений.

Список литературы

1. Servi I. S., Grant M. J. Trans. AIME, 1951, v. 191, p. 909.
2. Гарофало Ф. Законы ползучести и длительной прочности металлов и сплавов. Изд-во «Металлургия», 1968.
3. Hart E. W. Acta Met., 1967, v. 15, p. 1545.
4. Leibfried G. Z. Physik, 1951, Bd 130, S. 214.
5. Haasen P., Leibfried G. Nachr. Akad. Wiss. Göttingen, 1954, IIa, Bd 2, S. 31.
6. Hart E. W. Scripta Met., 1968, v. 2, p. 179.

УДК 669.1:539.375:669.781

В. В. ГЕРБЕРИХ, В. Ф. ЗАККЕЙ,
Е. Р. ПАРКЕР, Д. ПОРТЕР

РОЛЬ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ПРОЦЕССЕ РОСТА ТРЕЩИН

Обычно считают, что чем мельче зерно, тем выше должно быть напряжение разрушения материала. Однако в некоторых случаях имеются отклонения от этой закономерности. Часто определяющим фактором процесса зарождения или распространения микротрещин является макроскопический критерий, а не такие параметры, как напряжение разрушения или эффективная поверхностная энергия.

Зависимость макроскопического критерия от величины зерна может иметь совершенно иной характер, чем аналогичные зависимости других параметров, характеризующих разрушение. Учитывая это, в данной статье рассмотрены следующие параметры разрушения: коэффициент интенсивности напряжения (K) и скорость выделения энергии пластической деформации (G), которые могут объ-

яснить некоторые закономерности в проявлении механизма влияния величины зерна на неустойчивость трещин.

Границы зерен могут влиять на разрушение материалов следующим образом:

1. Воздействуя на длину скольжения, т. е. на протяженность скопления дислокаций, образующихся в одном зерне. Такие скопления создают концентрацию напряжений, способствующих разрушению.

2. Выделяющиеся по границам зерен крупные частицы хрупкой фазы могут действовать как центры зарождения трещин, способствуя либо образованию хрупких трещин в соседних зернах, либо хрупкому разрушению по границам зерен.

3. Выделение по границам зерен избыточных фаз приводит к образованию обедненных приграничных зон, которые, будучи весьма непрочными, способствуют межзеренному разрушению путем низкоэнергетического сдвига.

В данной статье детально рассмотрена каждая из перечисленных функций границ зерен: первые две — в связи с процессами разрушения железа и сталей, третья — в связи с межзеренным разрушением алюминиевых сплавов.

Дано описание сравнительно нового экспериментального метода исследования процессов разрушения — акустического метода, позволяющего регистрировать упругие волны, возникающие в материале при скачкообразном движении трещин. Показана возможность с помощью этого метода разделить процессы движения трещины от зерна к зерну и движения фронта трещин, а также обнаруживать в материале нераспространяющиеся микротрещины.

Методы эксперимента

Для исследования морфологии разрушения сталей и сплавов использовался обычный метод фрактографии. Он включал в себя метод двухступенчатых реплик и сканирующую оптическую и электронную микроскопию.

В дополнение к этому использовали метод детектирования упругих волн, испускаемых при распространении трещин, для обнаружения их бесконечно малых перемещений. Различают два вида акустической эмиссии: непрерывную эмиссию, связанную с протеканием процессов пластической деформации [1], и большие по амплитуде импульсы упругих волн, связанные со скачкообразным перемещением трещин — так называемые эмиссионные волны напряжений — ЭВН [2, 3].

Импульсы первой группы могут быть преобразованы дифференциальным датчиком в электрические сигналы, поступающие затем на усилитель с большим коэффициентом усиления, и пропускаться через фильтр с полосой пропускания от 100 кГц и выше. Импульсы второй группы можно детектировать акселерометром (измерителем ускорения), подавать на усилитель с меньшим, чем в первом случае, коэффициентом усиления и пропускать через фильтр с полосой пропускания от 3 до 40 кГц. Приведенные ниже результаты получены вторым методом.

На рис. 1 показана блок-схема установки для измерения акустической эмиссии. Установка, использованная в данном исследова-

нии, отличалась от изображенной на рисунке лишь тем, что в ней между усилителем сигнала и фильтром помещали усилитель напряжения, который позволял менять коэффициент усиления системы в пределах 1—90000. Большинство измерений проведено при коэффициенте усиления 600—9000.

С помощью этого метода удалось исследовать не только число «скачков» трещин и их местоположение, но и величину скачков отдельных трещин. Это оказалось возможным потому, что чем больше скачок вершины трещины, тем большая энергия выделяется

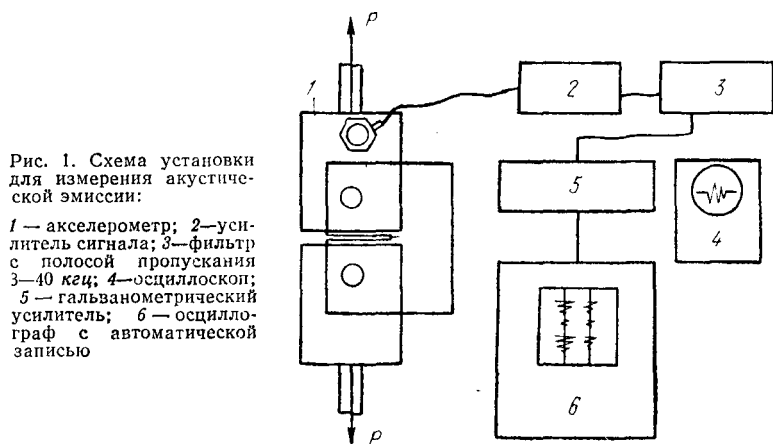


Рис. 1. Схема установки для измерения акустической эмиссии:

1 — акселерометр; 2 — усилитель сигнала; 3 — фильтр с полосой пропускания 3—40 кГц; 4 — осциллоскоп; 5 — гальванометрический усилитель; 6 — осциллограф с автоматической записью

в виде упругих волн и тем больше амплитуда регистрируемых импульсов. Найдено, что отклонение от соотношения между скоростью выделения энергии пластической деформации и амплитудой эмиссионных волн напряжения (ЭВН) качественно объясняется наблюдаемым увеличением амплитуды ЭВН по мере повышения числа растущих трещин [4].

Было показано, что при испытаниях на машинах с относительно большой жесткостью можно установить определенную связь между характером разрушения и явлением падения нагрузки в процессе растяжения. Герберих испытывал на разрыв тонкие хромель-алюмелевые проволочки различного диаметра с тем, чтобы установить связь между амплитудами ЭВН и характером разрушения каждой проволочки. При этом испытывали также высокопрочный алюминиевый сплав 7079-T6, при растяжении которого наблюдаются неожиданные, скачкообразные падения нагрузки. Сравнительно большие падения нагрузки измерялись легко и было установлено определенное соответствие между амплитудами ЭВН и величиной вызвавшего их скачка нагрузки. Из данных, приведенных на рис. 2, следует, что падение нагрузки, соответствующее каждой бесконечно малой области разрушения, проявляется в виде связанного с ним единичного изменения величины амплитуды ЭВН. Однако совпадение абсолютных значений амплитуды ЭВН и скачка нагрузки мо-

жет оказаться простой случайностью, поскольку при испытаниях на машинах с различной жесткостью могут быть получены несколько ко различные результаты.

Анализ полученных результатов, в том числе и зависимости, представленной на рис. 2, показал, что амплитуда эмиссионных

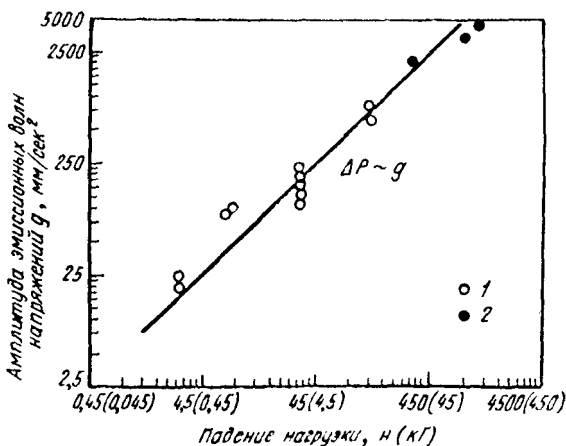


Рис. 2. Влияние величины падения нагрузки на амплитуду эмиссионных волн напряжения:

1 — хромель-алюмелевая проволока; 2 — алюминиевый сплав 7079-Т6

волн напряжения должна быть функцией следующих величин: площади зоны ΔA , ометаемой растущей трещиной, коэффициента интенсивности напряжения K и расстояния между захватами машины l :

$$g \approx \frac{2\Delta AK^2}{C_1 E l} \quad (1)$$

где C_1 — константа, зависящая от относительной жесткости машины¹.

Из результатов исследования следует, что при $C_1 = 3,8 \cdot 10^{-4}$ наблюдается хорошее соответствие между размерами зон разрушения (которые весьма малы) и значениями амплитуд эмиссионных волн напряжений.

Рассмотренным методом можно анализировать процессы роста микротрещин при хрупком внутризеренном разрушении, а также при межзеренном разрушении.

¹ Размерности величин в формуле (1); g — мм/сек²; ΔA — мм², K — кг/мм^{3/2}, C_1 — кг·сек²/мм.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Ниже рассмотрено влияние величины зерна на хрупкое внутризеренное разрушение, а также влияние величины зерна и выделений хрупкой фазы по границам зерен на межзеренное разрушение. Не рассмотрен такой весьма важный вид разрушения, как пластическое внутризеренное разрушение, которое обсуждается в работе Макклинтока [5].

Влияние величины зерна на хрупкое разрушение путем отрыва

Величина зерна оказывает заметное влияние на процесс хрупкого разрушения материалов путем отрыва, характер которого предсказывает теория Котрелла—Петча [6—8]. Однако, несмотря на то, что явление перехода разрушения материала от вязкого к хрупкому изучено во многих исследованиях, количественные теоретические оценки, получаемые при микроскопическом рассмотрении данного явления, не вполне согласуются с наблюдаемым макроскопическим ростом трещин.

Хан и Розенфельд [9, 10], Авербах [11], Тетельман и др. [12, 13] пытались проанализировать макроскопическую картину разрушения материалов при ударных испытаниях по методике Шарпи. Смит [14] предложил несколько теоретических моделей хрупкого разрушения путем отрыва. Однако и в этих моделях имеются противоречия.

Мы ограничимся моделью Хана и Розенфельда для хрупкого разрушения нелегированной заэвтектоидной стали с пределом текучести $175\text{--}490 \text{ Мн/м}^2$ ($17,5\text{--}49,0 \text{ кг/мм}^2$). Обсудим некоторые аспекты других моделей, имеющих отношение к рассматриваемой.

Прежде всего рассмотрим напряжения у вершины надреза или трещины, которые могут вызвать хрупкое разрушение путем отрыва. Хилл [15] показал, что в условиях плоской деформации, существующих, например, в толстой пластине, более высокий уровень напряжения у вершины надреза или трещины обусловлен ограниченностью пластической деформации. Максимальный коэффициент ограниченности пластической деформации (pcf) определяется уравнением:

$$(pcf)_{\max} = \sigma_{\max}/\sigma_{ys} = \left[1 + \frac{\pi}{2} - \frac{\omega}{2} \right], \quad (2)$$

где σ_{\max} — максимальное напряжение;

σ_{ys} — предел текучести;

ω — угол раскрытия трещины.

Для острой трещины угол ω равен нулю и максимальное значение коэффициента ограниченности пластической деформации составляет 2,57 для критерия Треска и 2,82 для критерия Мизеса.

Для случая, когда зарождение трещины происходит на стадии, предшествующей неустойчивости процесса разрушения, Хан и Розенфельд [9] предложили следующее уравнение:

$$\left[\begin{array}{l} \sigma_{\max} = \sigma_f^* \\ (pcf) = \sigma_f^*/(\sigma_{ys})_{\theta, \dot{\epsilon}} \end{array} \right] K = K_{1c}, \quad (3)$$

где максимальное напряжение совпадает с напряжением хрупкого разрушения путем отрыва σ_f^* , значение предела текучести определяется температурой и скоростью деформации у вершины трещины, а равенство $K = K_{1c}$ означает, что уравнение (3) справедливо только до момента начала распространения трещины. Отметим, что значения коэффициента ограниченности пластической деформации находятся в пределах от 1 до $(pcf)_{\max}$. В первом приближении мы можем пренебречь зависимостью коэффициента $(pcf)_{\max}$ в уравнении (3) от скорости деформации у вершины трещины, поскольку известно, что во многих случаях влияние скорости деформации на свойства материала незначительно. Хан и Розенфельд получили следующую зависимость предела текучести мелкозернистой низкоуглеродистой стали с величиной зерна 12 мкм от температуры θ и скорости деформации $\dot{\epsilon}$:

$$\left. \begin{array}{l} \sigma_{ys} = \sigma_{ys_0} + 1360 \text{ Мн/м}^2 - 78 \text{ Мн/м}^2 \theta^{1/2} + \\ \quad + 5,6 \text{ Мн/м}^2 \log \dot{\epsilon}; \\ \sigma_{ys} = \sigma_{ys_0} + 136 \text{ кг/мм}^2 - 7,8 \text{ кг/мм}^2 \theta^{1/2} + \\ \quad + 5,6 \text{ кг/мм}^2 \log \dot{\epsilon}, \end{array} \right\} \quad (4)$$

где $\sigma_{ys_0} = 368 \text{ Мн/м}^2$ ($36,8 \text{ кг/мм}^2$) — предел текучести при комнатной температуре и скорости деформации 10^{-3} сек^{-1} ;

θ — температура, $^{\circ}\text{К}$.

В работах [9,16] определяли скорость деформации у вершины трещины и нашли, что ее значения лежат в интервале $(1,9-8,6) \text{ К} \times 10^{-3} (\text{Мн/м}_{3/2})^{-1} [(0,6 \div 2,7) \text{ К} \times 10^{-3} (\frac{\text{кг}}{\text{мм}^{3/2}})]^{-1}$, где К — скорость изменения коэффициента интенсивности напряжения. Так как в большинстве испытаний на растяжение, когда медленный рост трещин отсутствует вплоть до момента хрупкого разрушения, а значения \dot{K} лежат в диапазоне от 11 до $110 \text{ Мн/м}^{3/2} \cdot \text{сек}^{-1}$ (от 35 до $350 \text{ кг/мм}^{3/2} \cdot \text{сек}^{-1}$), то скорость $\dot{\epsilon}$ не будет превышать 1 сек^{-1} . Таким образом, изменение предела текучести при изменении скорости деформации столь мало, что его можно не учитывать и последним членом в уравнении (4) пренебречь, но в случае испытаний с высокой скоростью деформации, например при ударных испытаниях, учитывать его необходимо.

Рассмотрим критерий разрушения, выраженный уравнением (3). Ясно, что если удастся выразить коэффициент (rcf) и напряжение отрыва σ_r^* через параметры условий нагружения и микроструктуры материала, то получим критерий хрупкого разрушения путем отрыва. Хан и Розенфельд [9], а также Тетельман и др. [12, 13] определяли коэффициент ограниченности пластической деформации через параметры условий нагружения. Хан и Розенфельд [9] использовали при этом полуэмпирическое приближение, в котором экспериментальные значения коэффициентов интенсивности напряжений сравнивали с пределами текучести и напряжениями разрушения при одноосном растяжении. Они проанализировали полученные Крафтом [16] результаты по определению значения коэффициента критической интенсивности напряжений, необходимой для распространения трещины в низкоуглеродистой стали при низкой температуре и при высоких скоростях деформации и нашли, что напряжение хрупкого разрушения путем отрыва в стали с величиной зерна 12 мкм равно примерно 1400 Мн/м^2 (140 кг/мм^2). Подставив эти значения в уравнение (3), они определили значения коэффициента ограниченности

пластической деформации (pcf) и вывели следующую зависимость его от отношения коэффициента интенсивности напряжений к пределу текучести:

$$(pcf) = 1 + C_2 \left(\frac{K}{\sigma_{ys}} \right), \quad (5)$$

где C_2 — константа, равная примерно $12,8 \text{ м}^{-1/2}$ ($0,4 \text{ мм}^{-1/2}$).

Относительно уравнения (5) можно сделать два замечания. Первое — из него следует, что при $(pcf) = 1$, т. е. при равенстве напряжения разрушения σ_f^* напряжению текучести σ_{ys} , ударная вязкость будет равна нулю. Так как условие $\sigma_f^* = \sigma_{ys}$ выполняется только при низких температурах, то, по-видимому, необходимо видоизменить уравнение (5) таким образом, чтобы оно было справедливо для определенных значений K во всех случаях.

Второе — при высоких значениях отношений K/σ_{ys} коэффициент ограниченности пластической деформации (pcf) становится выше теоретически допустимого верхнего предела. Если напряжение отрыва не зависит от температуры вплоть до комнатной, как предполагают Хан и Розенфельд, то тогда значения коэффициента ограниченности пластической деформации (pcf), меньше теоретических, должны согласовываться с экспериментальными значениями отношения K/σ_{ys} , равными примерно единице. Однако для критерия текучести Треска максимальное, подходящее для данного случая значение отношения K/σ_{ys} , согласно уравнению (5), достигает величины всего 0,79. С учетом этих замечаний уравнение (5) приобретает вид:

$$(pcf) = \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_{ys}} = 0,4 + C_3 \left(\frac{K}{\sigma_{ys}} \right)^{1/2}, \quad (6)$$

где C_3 — константа, равная $\sim 1 \text{ мм}^{-1/4}$. В сочетании с уравнением (3) уравнение (6) представляет собой критерий разрушения и, как показано на рис. 3, этот критерий приводит к разумным результатам, давая определенные значения коэффициента интенсивности напряжений при $\sigma_f^* = \sigma_{ys}$, а при высоких значениях отношения K/σ_{ys} , получаемые величины коэффициента (pcf) лежат в теоретически допустимых пределах.

Согласно теории линий скольжения Хилла [15] для надрезов с закругленными краями, выражение для коэффициента ограниченности пластической деформации следующее:

$$(pcf) = [1 + \ln(1 + R/\rho)], \quad (7)$$

где ρ — радиус надреза;
 R — размер зоны пластической деформации.

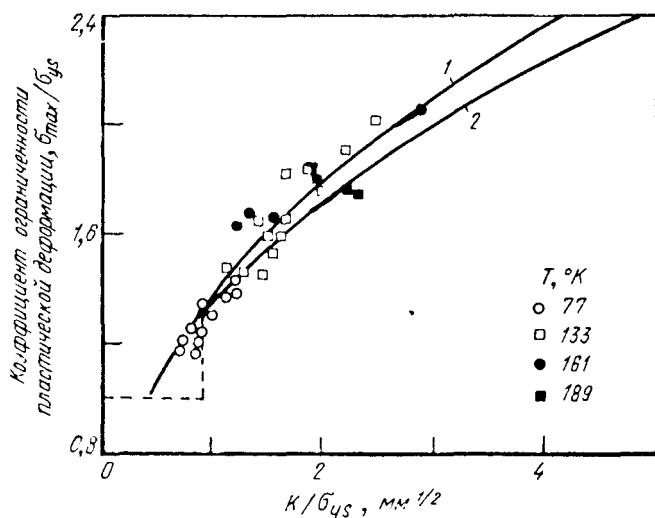


Рис. 3. Связь между коэффициентом ограниченности пластической деформации (pcf) и интенсивностью приложенных напряжений [16]:

1 — уравнение (6); 2 — уравнение (16)

Из уравнения (7) следует, что коэффициент ограниченности пластической деформации возрастает с увеличением размера пластической зоны. Как показали Тетельман и Мак-Ивли [12], существует критический размер зоны пластической деформации R_{β} , выше которого коэффициент (pcf) достигает максимального значения, определяемого уравнением (2). Из уравнения (7) следует также, что критический размер зоны пластической деформации определяется как

$$R_{\beta} = \rho [e^{(pcf)_{\max} - 1} - 1]. \quad (8)$$

В случае надрезов с закругленными краями величина R_{β} может стать весьма большой прежде, чем будет достигнуто максимальное значение коэффициента ограниченности пластической деформации. Неясно, однако, применимо ли уравнение (7) для острых трещин, поскольку можно показать, что ни уравнение (7), ни уравнение (6) не являются обязательными для острых трещин, так как при $\rho \ll R$ значения коэффициента ограниченности пластической деформации могут быть получены из уравнения (2). Для острых трещин теоретически максимальное значение коэффициента ограниченности пластической деформации достигается сразу же после начала пластического течения у вершины трещины. Эту точку зрения подтверждает работа Тетельмана и др. [13], который определял отношение R/ρ в функции радиуса надреза. Согласно уравнению (8), максимальное значение коэффициента ограниченности пластической деформации (ρcf) достигается при $R/\rho = 3,8$. С уменьшением ρ отношение R/ρ возрастает от 1 до 3 или 4, причем последнее значение получается при радиусе скругления, равном 0,005 см. Однако в приведенных рассуждениях и полученных результатах не учитывается то обстоятельство, что при увеличении размера зоны пластической деформации вершина трещины притупляется. Этот эффект еще более значителен для острых трещин: такое притупление означает существенное изменение радиуса вершины трещины. Таким образом, резкое возрастание величины отношения R/ρ , обнаруженное Тетельманом и др. [13] в случае очень острых надрезов, можно рассматривать как установленный факт. Важно отметить, что размер зоны пластической деформации и радиус надреза являются функциями квадрата коэффициента интенсивности напряжений K^2 . Считая, что повышение предела текучести обусловлено ограничением пластической деформации, радиус зоны пластической деформации можно представить в виде:

$$R = \frac{K^2}{\pi [(\rho cf) \sigma_{ys}]^2}. \quad (9)$$

Радиус вершины трещины можно определить через величину смещения вершины трещины $2 V_c$:

$$\rho = \frac{V_c}{\epsilon_c}, \quad (10)$$

где ϵ_c — деформация у вершины трещины. Рассматривая коэффициент ограниченности пластической деформации при напряжении, равном пределу текучести, величину смещения вершины трещины можно выразить через коэффициент интенсивности напряжений:

$$2V_c = \frac{K^2}{(\rho cf) \sigma_{ys} E} . \quad (11)$$

Объединив уравнения (9), (10) и (11), получим:

$$R/\rho = \frac{2E\epsilon_c}{\pi (\rho cf) \sigma_{ys}} . \quad (12)$$

Сравним полученное уравнение с уравнением (8), являющимся условием достижения максимальной величины коэффициента ограниченности пластической деформации. При пределе текучести, равном, например, 700 Мн/м^2 (70 кг/мм^2), условие $R_\beta/\rho \geq 3,8$, очевидно, не выполняется до тех пор, пока деформация ϵ_c не достигнет весьма большой величины (порядка 0,05). Таким образом, прежде чем коэффициент (ρcf) достигнет максимального значения, даже у первоначально острых трещин ($\rho \rightarrow 0$) пластическая деформация должна достигать значительной величины. Если эта деформация является усредненной деформацией единичного микрообъема у вершины трещины, то можно говорить о существовании верхнего предела значений коэффициента интенсивности напряжений, при которых величина пластической деформации у вершины трещины не увеличивается. Следовательно, в некотором интервале значений коэффициента интенсивности напряжений ограничение пластической деформации меньше теоретического. В этом случае полуэмпирическое приближение Хана и Розенфельда (9) может быть справедливо.

Чтобы критерий рассматриваемого типа разрушения был более определенным, описание распределения пластической деформации свяжем с уравнением (12). Для упруго-пластичного материала максимальное значение общей деформации определяется выражением [23]

$$\epsilon_c = \frac{\sigma_{ys}}{E} \cdot \frac{R}{r} . \quad (13)$$

Если обозначить через r^* радиус микроструктурной области, за пределами которой микротрещины образуются раньше хрупкого отрыва, а величину R взять из

уравнения (9), то достигаемая к моменту разрушения¹ величина пластической деформации составит:

$$\varepsilon_c^* = \frac{K^2}{\pi (pcf) \sigma_{ys} r^* E} \quad (14)$$

Если радиус r^* равен nd [13], где n — число зерен на длине r^* , а d — диаметр каждого из них, то из уравнений (12) и (14) следует:

$$R/\rho = \frac{2K^2}{\pi^2 (pcf)^2 \sigma_{ys}^2 E n d} \quad (15)$$

Такой подход к проблеме приводит к двойственному критерию разрушения. Если критическая деформация в объеме радиусом $r^* = nd$ упругая, то коэффициент $(pcf) = 1$, и при $\varepsilon_c^* \leq \frac{\sigma_{ys}}{E}$ преимущественно пользуются уравнением (14). Если же в указанном объеме критическая деформация пластическая, то совокупность уравнений (15) и (7) определит вторую часть критерия:

$$K/\sigma_{ys} \leq [\pi n d]^{1/2}; \quad \varepsilon_c^* \leq \sigma_{ys}/E; \quad (16a)$$

$$K/\sigma_{ys} = \pi (pcf) \left[\{ e^{(pcf)-1} - 1 \} \left\{ \frac{n}{2} d \right\} \right]^{1/2}; \quad \varepsilon_c^* > \frac{\sigma_{ys}}{E}. \quad (16b)$$

Уравнения (16a) и (16b) с уравнением (3) дают критерий хрупкого разрушения путем отрыва. Определив число зерен на длине nd , можно определить и величину коэффициента критической интенсивности напряжений K_{Ic} .

Тетельман и др. [13] отметили, что для крупнозернистого материала число n может быть мало (порядка 1,5). Располагая данными по плотности микротрещин в образцах после испытания на разрыв [17], они использовали в качестве составной части критерия разрушения возможность образования микротрещин в критической зоне у края надреза. Однако, зная плотность микротрещин, из уравнения (16) можно определить значение n . Для этого необходимо знать число микротрещин, образующихся в критической зоне вплоть до момента разрушения. Получить такие данные позволяет акустический метод регистрации эмиссионных волн.

¹ В уравнении (13) увеличение напряжения течения обусловлено изменением σ_{ys} и R . *Прим. авт.*

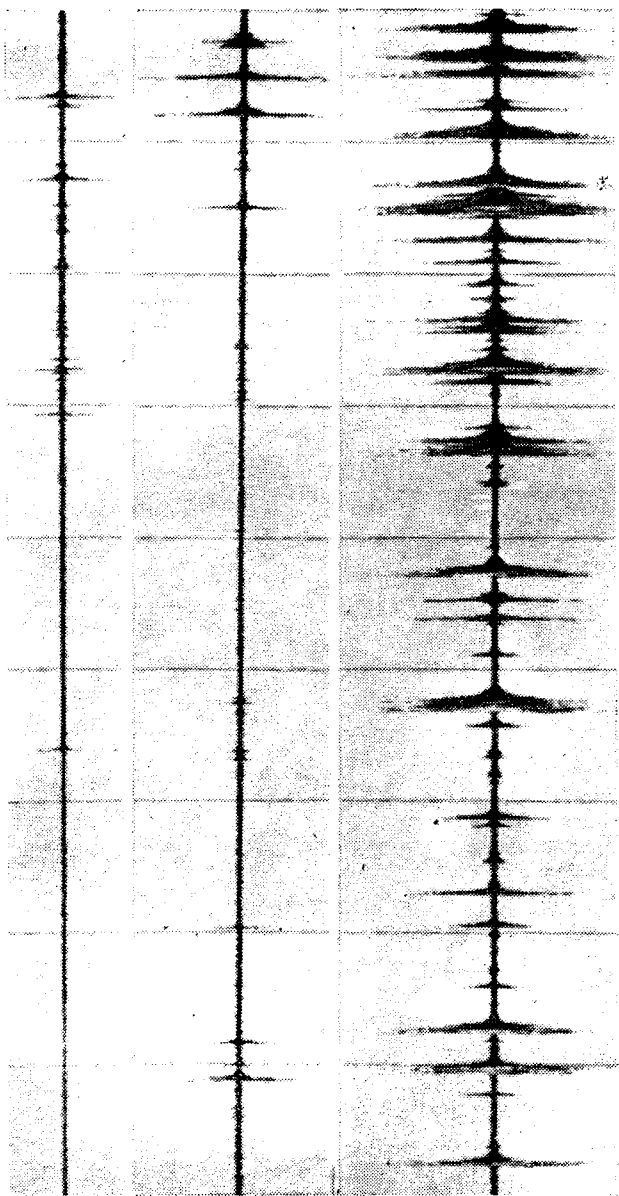


Рис. 4. Осциллограммы ЭНН, записанные до начала быстрого разрушения отрывом стали 1020 при температуре —196° С.

Такие эксперименты, выполненные на образцах крупнозернистой ферритной стали и мелкозернистой нелегированной углеродистой стали 1020 при -196°C , позволили подсчитать число «скачков» трещин, имеющих в материале до хрупкого разрушения. В качестве примера на рис. 4 показана осциллограмма эмиссионных волн



Рис. 5. Микрофотография границы раздела между усталостной трещиной и отрывом в стали 1020 при -196°C , полученная на сканирующем электронном микроскопе

напряжения, записанная на стадии, предшествовавшей быстрому разрушению.

Импульсы ЭВН связаны с хрупким разрушением путем отрыва. Это показывает снимок, полученный с помощью сканирующего электронного микроскопа (рис. 5). На рис. 5 видна граница раздела между усталостной трещиной, вызванной в материале до испытания, и поверхностью хрупкого разрушения путем отрыва. Видны вторичные микротрещины и отсутствует переходная область между усталостной трещиной и зоной отрыва, наличие которой можно было бы связать с наблюдаемой эмиссией волн напряжения. Следовательно, волны напряжения испускаются нераспространяющимися трещинами в критической зоне размером nd .

Кроме того, желательно выяснить, соответствуют ли экспериментальные значения амплитуд волн напряжения хрупким трещинам в одном зерне или в нескольких зернах. В одном из испытаний стали 1020 при -196°C найденные значения амплитуд лежали в интервале от 0,002 до 0,05 g. Полагая средний размер зерна равным 17 мкм, а максимальный 60 мкм и подставляя в уравнение (1) значения площади зерна и коэффициента интенсивности напряжений, получим значение амплитуд ЭВН, лежащие в интервале от 0,0015 до 0,021 g. Довольно хорошее совпадение расчетных величин с экспериментальными позволяет утверждать, что большая часть импульсов волн напряжения связана с нераспространяющимися хрупкими микротрещинами, локализованными в пределах одного зерна.

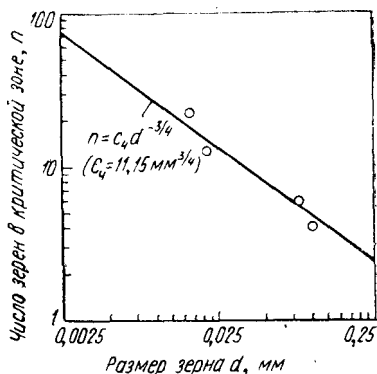


Рис. 6. Влияние размера зерна d на число зерен в критической зоне разрушения n

Если представить зону с такими микротрещинами в виде цилиндра, проходящего через образец толщиной t , то диаметр этого цилиндра nd будет равен:

$$nd = \left[\frac{4N_{\text{Э.В.Н.}}}{\pi t (md)} \right]^{1/2}, \quad (17)$$

где (md) — плотность микротрещин в материале. Воспользовавшись данными по плотности микротрещин ($\sim 70 \text{ мм}^{-3}$), из экспериментов по одноосному растяжению [17] с помощью уравнения (17) можно вычислить величину nd . Однако в реальных условиях эксплуатации материала напряженное состояние у вершины трещины отличается от состояния при одноосном растяжении, и поэтому плотность микротрещин будет иной, чем вычисленная в работе [17]. Кроме того, она может зависеть и от величины зерна. Однако для приближенного описания процесса хрупкого разрушения путем отрыва примем плотность микротрещин равной 70 мм^{-3} . В табл. 1 даны

значения n для ферритной стали и углеродистой стали 1020, подсчитанные по результатам четырех отдельных экспериментов по регистрации эмиссионных волн напряжения.

Результаты измерения волн напряжений при -196°C

Сталь	Режим термической обработки		Величина зерна, мкм	Число импульсов ЭВН	K/σ_{ys} , $\text{кмм}^{1/2}$	nd^* , мкм	n
	t°, C	τ , мин					
1000	650	60	104	228	1,92	411	3,95
1000	540	15	94	322	1,90	487	5,7
1020	650	60	21	104	1,87	277	13,1
1020	540	60	17	191	1,67	376	22,1

* Расчет проводили по формуле $nd = \left[\frac{4N_{\text{ЭВН}}}{\pi t (md)} \right]^{1/2}$, где (md) — плотность микротрещин, принимали равной 70 мм^{-3} .

Интересно отметить, что при постоянстве плотности микротрещин число n является функцией размера зерна (рис. 6). Достаточно хорошее совпадение с экспериментом дает функция

$$n = C_4 d^{-3/4}, \quad (18)$$

где C_4 — константа, равная $11,15 \text{ мм}^{3/4}$.

Используя это уравнение, найдем, что для материала, исследованного Крафтом [16] (размер зерна 12 мкм), величина n должна составлять 23. Подставляя полученное значение в уравнение (16) и строя его график, получим кривую, изображенную на рис. 3. Пунктирная линия обозначает переходную область между уравнениями (16а) и (16б). Важно отметить, что теоретический анализ проблемы привел к тем же результатам, что и эмпирическое приближение.

Таким образом, использование в качестве критерия хрупкого разрушения путем отрыва коэффициента ограниченности пластической деформации оправдано и в случае острых трещин. Кроме того, используя уравнение (16) в качестве критерия хрупкого разрушения путем отрыва, можно оценить роль величины зерна и

плотности микротрещин в процессах разрушения этого типа.

Таким образом, мы рассмотрели группу низкоуглеродистых сталей, процессы разрушения которых удовлетворительно описываются уравнениями (3), (6) или (16). Попытаемся выяснить, нельзя ли использовать изложенные представления для анализа процесса разрушения более прочных материалов. Вессель [18] исследовал влияние температуры испытания на коэффициент критической интенсивности напряжений K_{Ic} для образцов ковальной никельмолибденванадиевой стали сечением $2,5 \times 10$ см и получил весьма надежные результаты. Предел текучести этой стали при комнатной температуре равен примерно 560 Мн/м^2 (56 кг/мм^2), температура перехода в состояние с нулевой пластичностью составляет около -23°C , а напряжение хрупкого разрушения σ_f^* отличается от напряжения разрушения материалов, рассмотренных ранее. Метод определения σ_f^* предложен Уилшоу и Праттом [19]. Они показали, что при температуре перехода в хрупкое состояние (T^*) напряжение разрушения σ_f^* равно:

$$\sigma_f^* = 1,95\sigma_{ys_{T^*}}. \quad (19)$$

Температура перехода в хрупкое состояние на шкале температур лежит непосредственно под температурой перехода материала в состояние с нулевой пластичностью и поэтому для температуры, на 28°C меньшей температуры перехода в состояние с нулевой пластичностью напряжение σ_f^* , вычисленное по формуле (19), оказалось равным 1200 Мн/м^2 (120 кг/мм^2). Эта величина весьма приближительна, поскольку неизвестно точное значение температуры T^* . Однако изменение предела текучести в этом температурном интервале невелико и вносимая им ошибка не может быть большой. Хотя напряжение хрупкого разрушения в 1200 Мн/м^2 (120 кг/мм^2) кажется весьма малым для этого высокопрочного материала, следует помнить, что это довольно крупнозернистый материал с зерном балла 6 по шкале ASTM. Как видно из рис. 7, график уравнения (6), в котором использовано это значение напряжения σ_f^* , хорошо совпадает с экспериментальными точками вплоть до

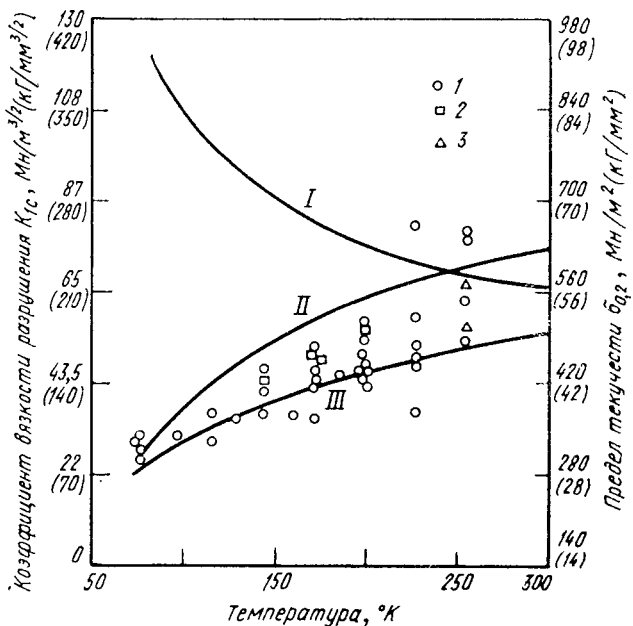


Рис. 7. Сравнение различных моделей для K_{Ic} ковальной Ni—Mo—V стали [8]. Стрелкой указана температура, соответствующая нулевой пластичности. Размер образцов:

I — сечением $2,5 \times 10$ см; 2 — толщиной 2,5 см; 3 — толщиной 22,5 см (образцы на кручение). I — σ_0 , II — уравнение (16); III — уравнение (6).

температуры перехода в состояние с нулевой пластичностью. Для проверки уравнения (16) взято среднее значение величины зерна 0,05 мм и соответствующее ему число $n=8$. Полученная зависимость коэффициента критической интенсивности напряжений от температуры также представлена на рис. 7. Несмотря на то что в последнем случае совпадение с экспериментальными данными не столь хорошее, как в эмпирическом приближении, возможно, что для этих материалов соотношение между величинами n и d отличается от уравнения (18) или же число n частично зависит от температуры испытания. Для выявления всех аспектов этого влияния в уравнении (3) необходимо знать зависимость $(\rho s f)$ от величины зерна. Напряжение хрупкого разрушения σ_f^* может не зависеть от температуры и скорости деформа-

ции, однако оно определенным образом зависит от величины зерна. Рассмотрим вначале напряжение σ_f^* , зависимость которого от величины зерна для рассмотренных выше заэвтектоидных сталей дается соотношением Хана и Розенфельда [10]. Имеем два уравнения: для $\sigma_f^* > \sigma_{ys}$

$$\left. \begin{aligned} \sigma_f^* &= [210 \text{ Мн/м}^2 + k_f d^{-1/2}] [1 + \epsilon^*]; \\ \sigma_f^* &= [21 \text{ кг/мм}^2 + k_f d^{-1/2}] [1 + \epsilon^*], \end{aligned} \right\} \quad (20a)$$

где $k_f = 3,25 \text{ Мн/м}^{3/2} (10,5 \text{ кг/мм}^{3/2})$,
и для $\sigma_f^* = \sigma_{ys}$:

$$\left. \begin{aligned} \sigma_{ys} &> 350 \text{ Мн/м}^2 + k_f d^{-1/2}; \\ \sigma_{ys} &> 3,5 \text{ кг/мм}^2 + k_f d^{-1/2}. \end{aligned} \right\} \quad (20б)$$

Подобная связь предела текучести с величиной зерна в работе [10] не выявлена, однако необходимую информацию можно найти в исследованиях Коувенховена [20], выполненном на аналогичных сталях. Большинство материалов, для которых справедливо соотношение Хана и Розенфельда, в зоне разрушения имело примерно 39% перлита. Прямолинейная зависимость предела текучести от величины $d^{-1/2}$, выявленная из данных Коувенховена для сталей с содержанием перлита в зоне разрушения от 10 до 59%, может быть представлена следующими уравнениями:

$$\left. \begin{aligned} \sigma_{ys} &= 4,34 \text{ Мн/м}^2 + k_y d^{-1/2}; \\ \sigma_{ys} &= 0,434 \text{ кг/мм}^2 + k_y d^{-1/2}, \end{aligned} \right\} \quad (21)$$

где σ_{ys} совпадает с напряжением σ_{ys0} и оно определяется уравнением (4); $k_y = 1,1 \text{ Мн/м}^{3/2}$ ($k_y = 3,5 \text{ кг/мм}^{3/2}$). Подставив уравнение (21) в уравнение (4) выражающее зависимость предела текучести от температуры и скорости деформации, получим:

$$\left. \begin{aligned} (\sigma_{ys})_{\theta, \dot{\epsilon}} &= 1410 \text{ Мн/м}^2 + k_y d^{-1/2} - 78 \text{ Мн/м}^2 \theta^{1/2} + \\ &\quad + 56 \text{ Мн/м}^2 \log \dot{\epsilon}; \\ (\sigma_{ys})_{\theta, \dot{\epsilon}} &= 141 \text{ кг/мм}^2 + k_y d^{-1/2} - 7,8 \text{ кг/мм}^2 \theta^{1/2} + \\ &\quad + 5,6 \text{ кг/мм}^2 \log \dot{\epsilon}. \end{aligned} \right\} \quad (22)$$

Совокупность уравнений (3), (6), (20) и (22) представляет критерий разрушения для заэвтектоидных сталей.

К сожалению, в литературе отсутствуют данные относительно связи интенсивности напряжений с величиной зерна. Наиболее подходящими для данного случая являются результаты, полученные Олмондом и др. [21] на образцах армко-железа с надрезами, по которым

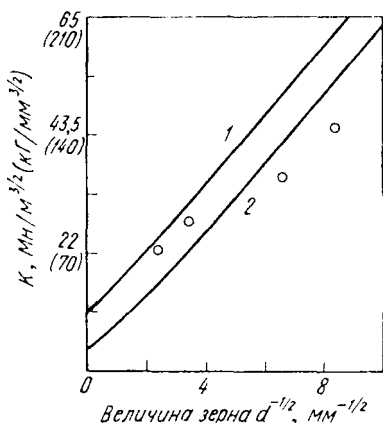


Рис. 8. Зависимость коэффициента интенсивности напряжений K от размера зерна для армко-железа при испытаниях на ударную вязкость образцов с надрезом при -110°C [21]:

1 — уравнение (16); 2 — уравнение (2)

рассчитывали коэффициенты интенсивности напряжений. В данном исследовании использовали нестандартные образцы и в них отсутствовали предварительно введенные хрупкие трещины. Поэтому полученные результаты можно рассматривать лишь в качестве грубых оценок значений коэффициента интенсивности напряжений. Олмонд и др. [21] определили значения предела текучести и с помощью уравнений (6) и (20а) вычислили теоретическую кривую, соответствие которой экспериментальным данным показано на рис. 8. Здесь представле-

на и теоретическая кривая, построенная на основе уравнений (16) и (20а). Обе кривые свидетельствуют о линейной зависимости коэффициента интенсивности напряжений K от величины $d^{-1/2}$ в то время как экспериментальные данные говорят о более слабой зависимости этого коэффициента от величины зерна.

Отклонение, хотя и незначительное, теоретических кривых от экспериментальных данных заставляет вновь пересмотреть критерии хрупкого разрушения, в которых за основу взят факт повышения коэффициента интенсивности напряжений с уменьшением величины зерна. По-видимому, область зависимости коэффициента интенсивности напряжений от величины зерна практичес-

ки ограничена и непрерывное уменьшение последней вовсе не означает, что автоматически будет повышаться сопротивление материала распространению трещины. Рассмотрим случай, когда по границам зерен расположены большие частицы хрупких карбидов.

Разрушение материала при наличии хрупкой фазы на границах зерен

Мак-Магон и Коген [22] показали, что образовавшиеся у зернограницных карбидов трещины могут порождать хрупкие трещины в соседних ферритных зернах. Олмонд и др. [21] провели экспериментальное и теоретическое исследование и определили критерий баланса энергии, необходимой для роста трещин, который учитывал роль зернограницных карбидов в процессах хрупкого разрушения образцов армко-железа. Они показали, что как только толщина карбидных частиц достигает величины порядка размера зерна, они начинают оказывать сильное влияние на напряжение хрупкого разрушения. При этом напряжение σ_f^* плавно возрастает с увеличением $d^{-1/2}$, но наклон кривой постепенно уменьшается в отличие от линейной зависимости σ_f^* от $d^{-1/2}$, даваемой уравнением (20а).

Интересно проследить, как присутствие карбидных частиц влияет на зависимость коэффициента интенсивности напряжений от размера зерна. Олмонд и др. [21] получили для напряжения разрушения следующее уравнение:

$$\sigma_f^* = \left(\frac{k_t^2 d}{4t^2} + \frac{2E\gamma_{eff}}{(1+\nu)t} \right)^{1/2} - \frac{k_t d^{1/2}}{2t}, \quad (23)$$

где $k_t = 0,78 \text{ Мн/м}^{3/2}$ ($2,5 \text{ кг/мм}^{3/2}$);

t — толщина частиц карбида по границам зерен;

γ_{eff} — эффективная поверхностная энергия Коттрела, равная для феррита $20,7 \text{ н/м}$ ($2 \cdot 10^3 \text{ дин/мм}$).

Подставляя в уравнение (23) экспериментальное значение $t = 2,5 \cdot 10^{-4} \text{ см}$, можем вычислить значение напряжения σ_f^* . Полученное выражение для предела текучести армко-железа при -110° С имеет вид:

$$\sigma_{ys} = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}, \quad (24)$$

где $\sigma_0 = 189 \text{ Мн/м}^2$ ($18,9 \text{ кг/мм}^2$) и $k_y = 1,2 \text{ Мн/м}^{3/2}$ ($3,85 \text{ кг/мм}^{3/2}$), вместе с уравнениями (3) и (6) приводит к выражению для коэффициента интенсивности напряжений. Соответствие теоретической кривой зависимости коэффициента интенсивности напряжений от $d^{-1/2}$ экспериментальным результатам (рис. 9) можно считать весьма приемлемым, если учесть, что зависимость эта получена на основании полуэмпирических приближений.

Интересным представляется тот факт, что теоретическая кривая предсказывает максимум сопротивления росту трещин при уменьшении размера зерна в случае нахождения на границах зерен частиц

карбидов, которые, казалось бы, должны способствовать образованию хрупких трещин. Следует отметить, что максимум этого сопротивления [или максимум на кривой $K \approx f(d^{-1/2})$] может смещаться по шкале размера зерна; например, с уменьшением толщины карбидных частиц он смещается в сторону меньших размеров зерна. Для рассматриваемого случая максимальное значение коэффициента K_{1c} приходится на зерно величиной около 12,5 мкм, что в пять раз превышает толщину карбидных частиц на границах зерен. Вероятно, эксперименты по определению значений коэффициента интенсивности напряжений, выполненные на сверхмелкозернистых сталях со специально введенными на границы зерен карбидами, подтверждают эту точку зрения.

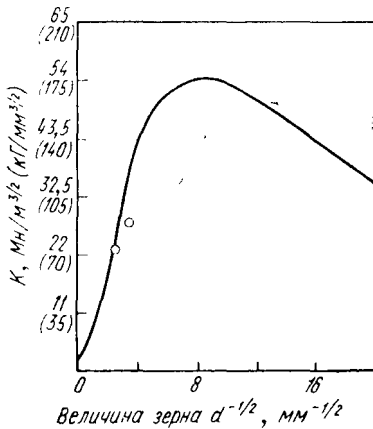


Рис. 9. Влияние выделений карбидов по границам зерен на соотношение между размером зерна и коэффициентом интенсивности напряжений K при -110°C [21]. Кривая построена по уравнению (23)

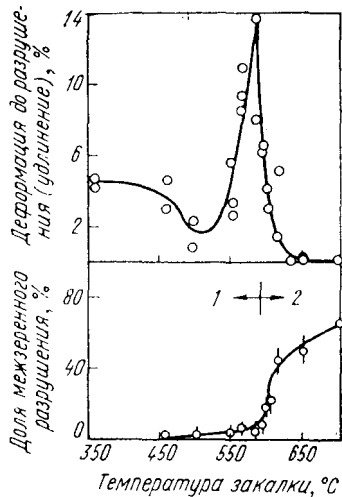


Рис. 10. Параметры, характеризующие разрушение ферритной стали, обусловленное выделением карбидов (1) или атомов кислорода (2) по границам зерен [22]

Мак-Магон и Коген [22] отмечали аналогичное действие зернограницных карбидов в присутствии дополнительных примесей. В исследованном ими явлении межзеренного охрупчивания феррита, содержащего 0,002% O_2 и 0,005% C , отмечено два основных эффекта (рис. 10): слева от максимума пластичности наблюдается выделение карбидов по границам зерен, инициированное частицами карбида хрупкое разрушение путем отрыва понижает до минимума пластичность феррита. При нагреве до температур закалки, обеспечивающих максимум пластичности, карбидные частицы оказываются настолько мелкими ($< 2,5$ мкм), что их влияние на сопротивление хрупкому разрушению незначительно.

Результаты исследования образцов, в которых присутствовали карбиды аналогичного размера (рис. 9), показали, что такие карбиды слабо влияют на коэффициент K_{1c} в образцах со средне- и круп-

нозернистым ферритом. Однако с ростом величины карбидных частиц их влияние на зависимость коэффициента K_{1c} от размера зерна возрастает и, возможно, является причиной уменьшения пластичности образцов, закаленных с температур, при которых образуются крупные частицы карбидов (см. рис. 10).

Мак-Магон и Коген [22] показали также, что снижение пластичности феррита при закалке с температур справа от максимума на кривой рис. 10 обусловлено недостатком углерода на границах зерен, который может замещать кислород. В результате оставшийся на границах кислород вызывает межзеренное охрупчивание. Этот и другие типы межзеренного охрупчивания вызваны, вероятно, сегрегациями примесей по границам зерен или на поверхности раздела карбид — матрица. Влияния величины зерна на процессы хрупкого межзеренного разрушения этого типа не установлено.

Влияние величины зерна на межзеренное разрушение алюминиевых сплавов

Дисперсионно твердеющие сплавы типа Al—Cu, Al—Zn, Al—Ag, склонны к межзеренному разрушению [24—28], которое связывают с существованием слоя охрупчивающей фазы по границам зерен или с образованием свободных от выделений приграничных зон. Система Al—Zn интересна тем, что в ней можно легко изменять морфологию разрушения в результате изменения ширины свободных от выделений приграничных зон (подбором соответствующего режима старения либо скорости деформации). Например, в сплаве Al+25% Zn, гомогенизированном при 425°С и состаренном при 125°С в течение 6 сек (после выдержки при комнатной температуре в течение 30 сек), наблюдаются процессы медленного и быстрого роста трещин. При испытаниях с возрастающей нагрузкой протекают оба эти процесса (рис. 11 и 12). Причина медленного роста трещин — коалесценция микропор при низких значениях коэффициента интенсивности напряжений (см. рис. 11). С ростом коэффициента интенсивности наступает стадия быстрого роста трещин. Поверхность излома в последнем случае — плоская, нерельефная (см. рис. 12). Гарвуд и Дэвис [29] показали, что процесс дисперсионного твердения сплава Al+25% Zn при комнатной температуре полностью заканчивается в течение < 2 мин и долгое время твердость сплава сохраняется вблизи максимального уровня. Продолжительные выдержки при 125°С снижают прочностные свойства сплава и повышают сопротивление процессу быстрого роста трещин. Состаренные при 125°С в течение 1 мин или больше образцы разрушаются только в результате медленного роста трещин (за счет коалесценции микропор).

Попытаемся установить зависимость процесса межзеренного разрушения при таком медленном росте трещин от величины зерна. Напряжение, необходимое для начала процесса межзеренного разрушения, определяется критерием Стро [30]:

$$\sigma_t = \left(\frac{\Phi E \gamma_m}{d} \right)^{1/2}, \quad (25)$$

где σ_t — напряжение разрушения при испытаниях на разрыв;

γ_m — работа разрушения;

d — средний диаметр зерен;

Φ — константа.

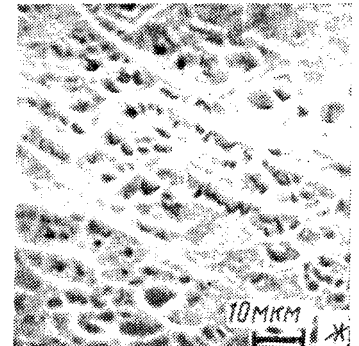
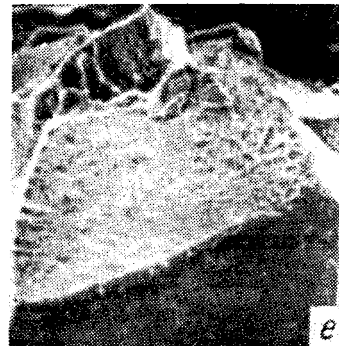
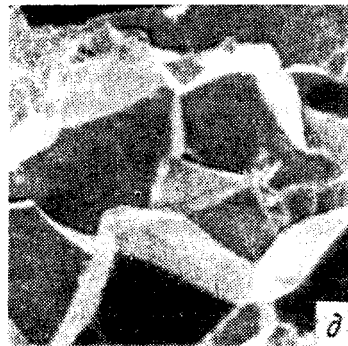
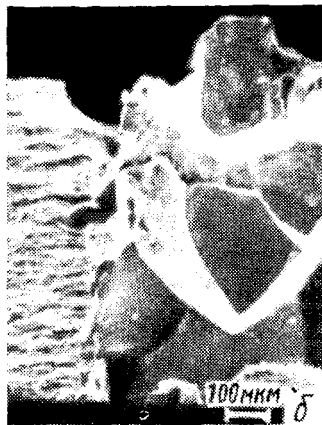
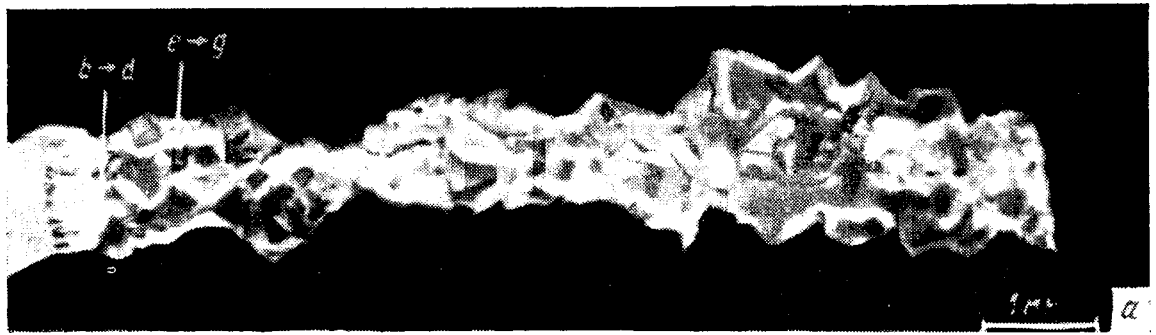


Рис. 11. Фрактограммы сплава Al+25% Zn, гомогенизированного и состаренного при 125°С в течение 6 сек. Зона медленного роста зерен:
a — общий вид зоны разрушения, полученный оптическим сканированием; с этой же зоны получены снимки на электронном сканирующем микроскопе; *б-г* — переход от усталостного к межзеренному разрушению; *д-ж* — разрушение посредством коалесценции микропор

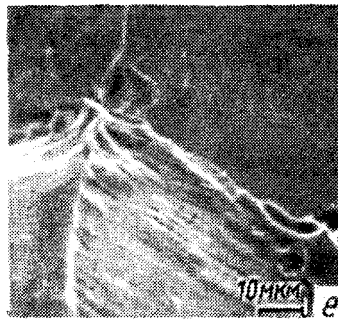
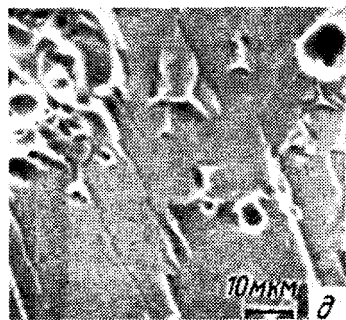
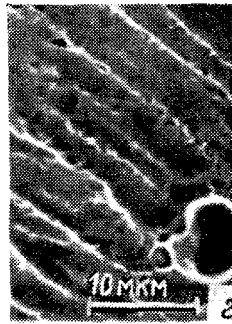
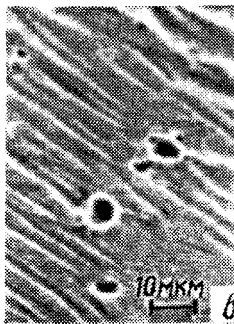


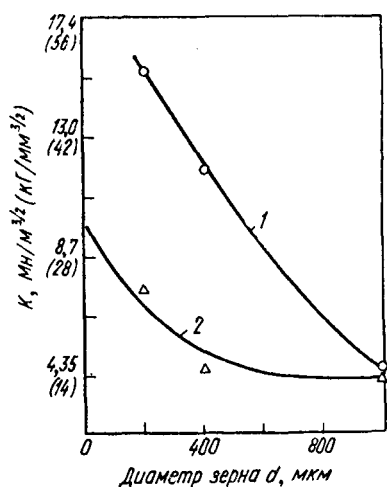
Рис. 12. Фрактограммы сплава Al+25% Zn, гомогенизированного и состаренного при 125° С в течение 6 сек. Зона быстрого роста трещин в образце, представленном на рис. 11:

a — общий вид зоны разрушения, полученный оптическим сканированием; с этой же зоны получены снимки на сканирующем электронном микроскопе; *б-е* — серия снимков зоны быстрого роста трещин

Если выразить работу распространения трещины γ_m через плотность энергии деформации за пределами пластической зоны, включающей границу зерна и свободную от выделения приграничную область, то получим следующее уравнение:

$$\gamma_m = \sigma_f \varepsilon^* l, \quad (26)$$

где ε^* — деформация образца до разрушения по границам зерен;
 l — ширина приграничной полосы.



где ε^* — деформация образца до разрушения по границам зерен;
 l — ширина приграничной полосы.

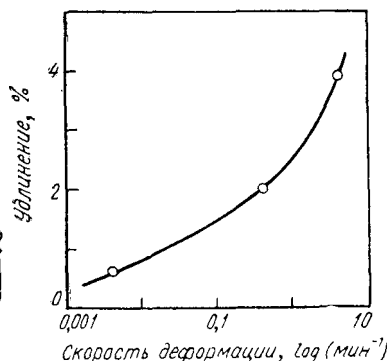


Рис. 13. Зависимость коэффициента интенсивности напряжений при зарождении трещин от размера зерна сплава Al+25% Zn, гомогенизированного и состаренного при комнатной температуре в течение 30 мин; скорость движения захватов, см/мин: 1 — 1,0; 2 — 0,1

Рис. 14. Зависимость относительного удлинения от скорости деформации для сплава Al+25% Zn, гомогенизированного и состаренного при комнатной температуре в течение 30 мин

Таким образом, уравнения (25) и (26) позволяют рассчитать значение коэффициента интенсивности напряжений, при котором происходит зарождение трещины:

$$K_n = (E\gamma_m)^{1/2} = \left(\frac{\Phi}{d}\right)^{1/2} \varepsilon^* l E. \quad (27)$$

Получены доказательства того, что коэффициент интенсивности напряжений от величины зерна зависит обратно пропорционально корню квадратному из нее, т. е. $K \approx f(d^{-1/2})$. Регистрируя эмиссионные волны напряжения, определяли значения коэффициента интенсивности в начале стадии роста трещин. Образцы гомогенизированного и состаренного при комнатной температуре в течение 30 мин сплава Al+25% Zn испытывали при двух значениях скорости растяжения. Различную величину зерна в образцах получали изменением продолжительности гомогенизации.

Анализ экспериментальных результатов показывает, что, во-первых, зависимость коэффициента интенсивности напряжений, отвеча-

ющего моменту зарождения трещин от величины зерна (рис. 13), имеет вид примерно $f(d^{-1/2})$ и, во-вторых, различие в значениях этого коэффициента при испытаниях с разными скоростями обусловлено, видимо, тем, что деформация до разрушения по границам зерен ε^* неодинакова при испытаниях с разными скоростями, если исходить из уравнения (27). Действительно, при испытаниях на растяжение

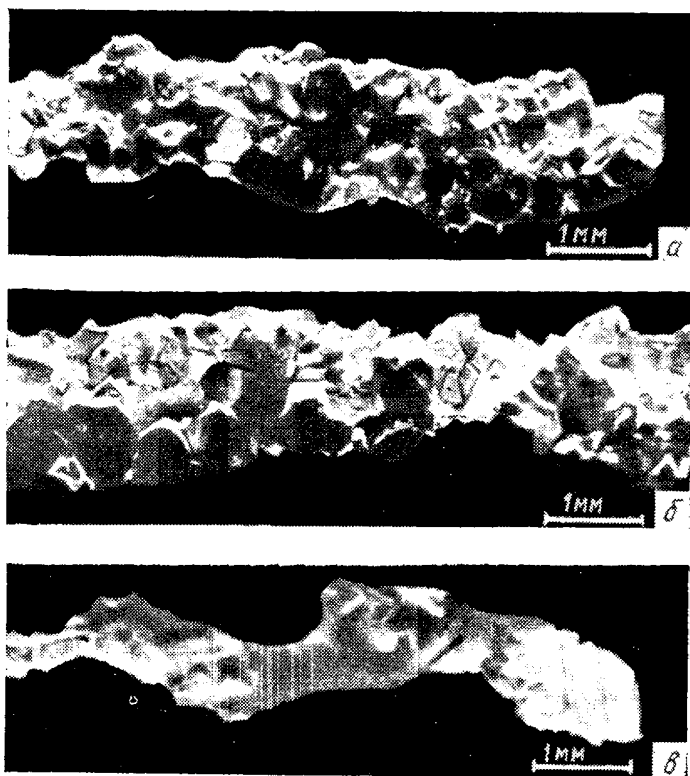


Рис. 15. Фрактограммы, полученные оптическим сканированием образцов сплава Al+25% Zn, гомогенизированных и состаренных по режимам: а — комнатная температура, 30 мин; б — 125° С; 16,5 ч; в — 125° С, 165 ч

отмечено возрастание относительного удлинения с увеличением скорости деформации (рис. 14). Увеличение скорости деформации на порядок приводит к примерно двукратному увеличению удлинения, что соответствует двукратному увеличению и коэффициента K_n . Пока не установлено, связано ли это только со сдвигом по границам зерен или же частично и с различием вклада матрицы в деформацию.

Из уравнения (27) следует, что с увеличением ширины приграничной зоны l коэффициент интенсивности напряжений, необходимый для зарождения зернограничной трещины, становится настолько велик, что межзеренное разрушение перестает быть предпочтительным типом разрушения сплава. На рис. 15 показано изменение характера разрушения образцов сплава Al+25% Zn от полностью меж-

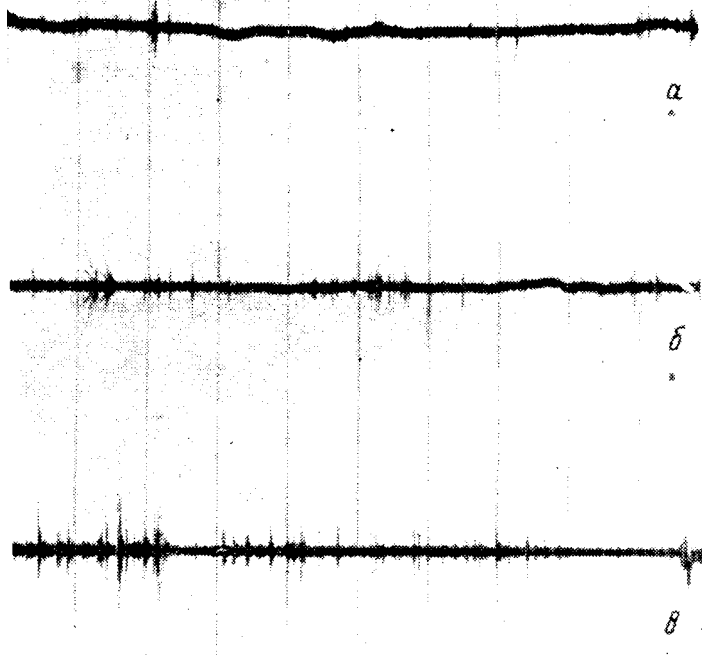


Рис. 16. Осциллограммы эмиссионных волн напряжений (ЭВН) в образцах сплава Al+25% Zn с различными размерами зерна, мкм:
а — 200; б — 400; в — 1000

зеренного до полностью внутризеренного с увеличением выдержки образцов до 165 ч при 125° С.

На рис. 16 показаны осциллограммы эмиссионных волн напряжений в образцах с различной величиной зерна. Видно, что число импульсов и их амплитуда с увеличением размера зерна возрастают. Эти результаты качественно можно объяснить, предположив, что процесс роста трещин является прерывистым, т. е. вершины трещин

совершают «скачки» от одной тройной точки границ зерен до другой. Процесс этот, вероятно, становится все более прерывистым с увеличением размера зерна, когда скачки вершин трещин становятся более частыми и далекими. Увеличение размера зерна приводит также к более раннему появлению первых импульсов волн напряжения вследствие уменьшения коэффициента интенсивности напряжений.

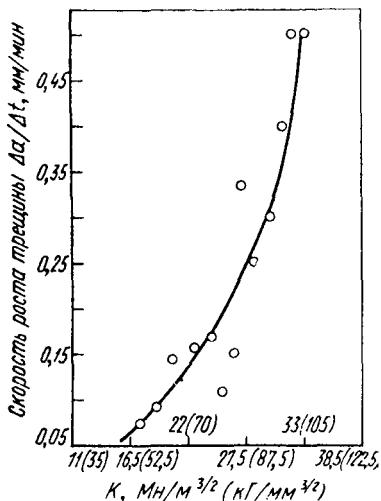


Рис. 17. Зависимость скорости роста трещины от усредненного коэффициента интенсивности напряжений при испытаниях образцов сплава Al+25% Zn под действием собственной массы. Образцы перед испытанием гомогенизировали и подвергали старению при комнатной температуре в течение 30 мин

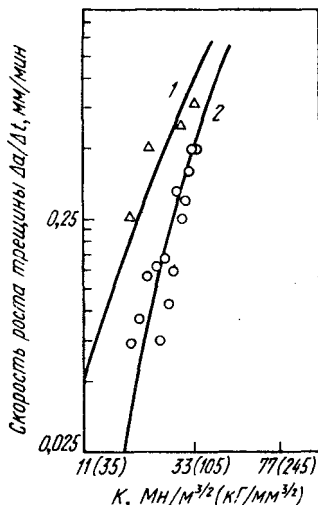


Рис. 18. Зависимость скорости роста трещины $\Delta a/\Delta t$ от усредненного значения коэффициента интенсивности напряжений K в сплаве Al+25% Zn. Размер зерна материала, $\mu\text{м}$:

1 — 1000; 2 — 400. Обе кривые подчиняются уравнению

$$\frac{da}{dt} = 1,23 \cdot 10^{-6} (K - K_n)^2$$

Следующей задачей являлось определение характера влияния интенсивности приложенных напряжений на скорость роста трещины в рассматриваемом сплаве. Для этого выполнены эксперименты двух типов: 1) испытания образцов под действием собственной массы (веса) (коэффициент K будет непрерывно возрастать); 2) испытания с уменьшающейся нагрузкой, что достигалось остановкой движения захватов машины в заранее намеченной точке и уменьшением нагрузки по мере роста трещины. При этом интенсивность напряжений постепенно снижалась в процессе развития трещины. Оба типа испытаний дали совпадающие результаты (рис. 17 и 18).

Можно предположить, что скорость роста трещины da/dt является степенной функцией разности коэффициентов интенсивности приложенных напряжений и напряжений, необходимых для зарождения

дения трещины. В результате анализа экспериментальных данных получаем уравнение:

$$\frac{da}{dt} = m (K - K_n)^2, \quad (28)$$

использував значение $m = 1,23 \cdot 10^{-6} \cdot [(Mn/m^2)^2 \text{ мин}]^{-1} \{1,23 \times 10^{-4} [(\text{кг}/\text{мм}^2)^2 \cdot \text{мин}]^{-1}\}$ и значение K_n из рис. 13, получим уравнение, график которого представлен на рис. 18: экспериментальные точки хорошо укладываются на кривую, вычисленную по уравнению (28). Такое совпадение могло оказаться случайным, поэтому необходимы новые исследования для установления физической связи между скоростью роста трещин и интенсивностью напряжений при межзеренном разрушении данного сплава.

Заключение

1. Методом регистрации волн напряжения, испускаемых хрупкими нераспространяющимися трещинами или возникающих при межзеренном разрушении прерывистого характера, показано, что размер субкритических хрупких трещин в нелегированной низкоуглеродистой стали равен примерно диаметру одного зерна. Указанный метод использовали для расчета величины критической зоны, в которой происходит образование микротрещин в начале стадии неустойчивости. Его применяли также при исследовании процесса зарождения трещин по границам зерен в сплаве Al+25% Zn.

2. Анализ коэффициента ограниченности пластической деформации (pcf), используемого в качестве критерия хрупкого разрушения заэвтектоидных сталей, показал, что: а) критерий справедлив и в случае острых трещин; б) для пластического течения в критической области материала размером nd коэффициент критической интенсивности напряжений у вершины трещины при хрупком разрушении определяется уравнением:

$$K = \pi (pcf) \sigma_{ys} \left[\left\{ e^{(pcf)-1} - 1 \right\} \left\{ \frac{n}{2} d \right\}^{1/2} \right],$$

где σ_{ys} — предел текучести материала;
 d — диаметр зерна;

в) с помощью акустического метода регистрации эмиссионных волн напряжений показано, что число зерен n в зоне пластической деформации является функцией размера зерна: $n = C_4 d^{-3/4}$, где $C_4 = 0,84 \text{ мм}^{3/4}$; г) коэффициент интенсивности напряжений K зависит от величины зерна обратно пропорционально корню квадратному из нее, что подтверждается результатами, полученными на армко-железе [21].

3. Крупные частицы карбидов на границах зерен снижают напряжение разрушения. Карбиды, имеющие размеры, близкие к размеру зерна, могут вызвать изменение вязкости разрушения при уменьшении величины зерна. Сделано предположение, что максимальное значение K для армко-железа достигается при размере зерна порядка 15 $\mu\text{м}$ и размере частиц карбидов на границах зерен около 2,5 $\mu\text{м}$.

4. Показано, что разрушение сплава Al+25%Zn может происходить в результате быстрого роста межзеренных трещин, а также медленного отрыва по границам зерен за счет коалесценции микропор или же в результате пластичного межзеренного разрушения. Вид разрушения определяется скоростью деформации, шириной свободной от выделений зоны, критической деформацией разрушения ϵ^* в области границ зерен и размером зерна d .

5. Предложена модель вязкого разрушения по границам зерен алюминиевых сплавов, в соответствии с которой коэффициент интенсивности напряжений, необходимый для зарождения трещины, зависит от размера зерна пропорционально $d^{-1/2}$, причем эта зависимость подтверждается акустическим методом регистрации ЭВН в начальный момент межзеренного разрушения.

Список литературы

1. Dunnegan H. L. a. o. Eng. Fract. Mech., 1968, v. 1, p. 105.
2. Hartbower C. E. a. o. Weld. J. Res. Suppl., 1968, v. 47.
3. Steele R. K. a. o. In «Weld Imperfections», Addison—Wesley, 1968, p. 361.
4. Gerberich W. W., Hartbower C. E. Int. J. Fract. Mech., 1967, v. 3, p. 185.
5. McClintock F. A. Int. J. Fract. Mech., 1968, v. 4, p. 101.
6. Petch N. J. Phil. Mag., 1968, v. 3, p. 1089.
7. Petch N. J., in «Fracture», John Wiley and Sons, 1959, p. 54.
8. Cottrell A. H., in «Fracture», John Wiley and Sons, 1959, p. 20.
9. Hahn G. T., Rosenfield A. R. Trans. ASM Quart., 1966, v. 59, p. 909.
10. Rosenfield A. R., Hahn G. T. Trans. ASM Quart., 1966, v. 59, p. 962.
11. Averbach B. L., in «Fracture», 1, Academic Press, 1968, p. 441.
12. Tetelman A. S., McEvily A. J. Jr., Fracture of Structural Materials, John Wiley and Sons, 1967.
13. Tetelman A. S. a. o. Int. J. of Fract. Mech., 1968, v. 4, p. 147.
14. Smith E. Int. J. of Fract. Mech., 1968, v. 4, p. 131.
15. Hill R. Mathematical Theory of Plasticity, Oxford, London, 1950.
16. Krafft J. M. A Rate Spectrum of Strain Hardenability and of Fracture Toughness, Report of NRL Progress, 1966.
17. Kaechele L. E., Tetelman A. S. Acta Met., 1969, v. 17, p. 463.
18. Wessel E. T. Eng. Fract. Mech., 1968, v. 1, p. 77.
19. Wilshaw T. R., Prati P. L. Mech. Phys. Solids, 1966, v. 14, p. 7.
20. Kouwenhoven H. J. Trans. ASM Quart., 1969, v. 62, p. 437.
21. Almond E. A., Timbers D. H., Embury J. D. Second International Conference on Fracture, Brighton, England, 1969.
22. McMahon C. J. Jr., Cohen M. Acta Met., 1965, v. 13, p. 591.
23. Gerberich W. W. Experimental Mechanics, 1964, p. 335.
24. Kelly A., Nicholson R. B. Progress in Material Science, 1963, v. 10, p. 149.
25. Ryder D. A., Smale A. C. Fracture on Solids, ed. by D. C. Drucker and J. J. Gilman, John Wiley and Sons, 1965, p. 237.

26. Thomas G. Electron Microscopy and Strength of Crystals, John Wiley and Sons, 1963, v. 793.
27. Varley P. C., Day M. K. B., Sendorek A., J. Inst. Metals, 1957—58, v. 86, p. 337.
28. Geisler A. H. Phase Transformation in Solids, John Wiley and Sons, 1951, p. 387.
29. Garwood R. D., Davies A. L., J. Inst. Metals, 1959—1960, v. 88, p. 311.
30. Stroh A. N. Proc. Roy. Soc., 1954, v. A233, p. 404.

УДК 669.285 : 539.37

А. КАРИМ

ТЕОРИЯ ДИФФУЗИОННОГО ТЕЧЕНИЯ МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ С НЕНЬЮТОНОВСКОЙ ВЯЗКОСТЬЮ

Для объяснения механизма, контролирующего скорость ползучести при высоких температурах и напряжениях, предложены две дислокационные модели: контролируемое диффузией восхождение краевых дислокаций [1—6] и термически активируемое скольжение ступенчатых винтовых дислокаций [7—15]. Однако в том случае, когда приложенное напряжение меньше стартового напряжения источников дислокаций (для бездислокационного материала) или если движение дислокаций полностью заторможено эффективными барьерами, процесс ползучести определяется механизмом диффузии вакансий.

Одной из наиболее разработанных теорий высокотемпературной ползучести является предложенная Набарро [16] и развитая количественно Херрингом [17] теория ползучести материалов при высоких температурах и низких напряжениях посредством направленной диффузии атомов под действием напряжений. В тех областях границ зерен, на которые действует нормальное растягивающее напряжение, концентрация вакансий повышена. В областях, в которых действует сжимающее напряжение, их концентрация уменьшена: возникающая разность концентраций вызывает направленную диффузию вакансий. Поскольку миграция вакансий происходит посредством обмена мест с атомами, последние будут перемещаться в противоположном направлении, приводя к пластической деформации.

Если по нормали к границе зерна действует растягивающее напряжение σ , то энергия образования вакансии на границе понижается на величину $\sigma\Omega$, где Ω — объем вакансии, примерно равный атомному объему. Таким образом, концентрация вакансий становится выше термодинамически равновесной концентрации C_0 за счет

экспоненциального множителя $e^{\frac{\sigma\Omega}{KT}}$, где K — постоянная Больц-

мана, T — температура. Равновесная концентрация вакансий определяется выражением

$$C_0 = \exp\left(-\frac{g_0}{KT}\right), \quad (1)$$

где g_0 — свободная энергия образования вакансии. В итоге анализ Набарро — Херринга приводит к выражению для скорости ползучести поликристаллических материалов в виде:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{10D_I \Omega}{L^2 KT} \sigma, \quad (2)$$

где $\dot{\varepsilon}$ — скорость ползучести;
 D_I — коэффициент объемной диффузии;
 L — величина зерна.

Так как энергия активации зернограничной диффузии меньше энергии активации объемной диффузии, диффузионный перенос атомов может осуществляться по границам зерен. Дорн и Моут [18] получили выражение для вероятности P диффузии по границам зерен:

$$P = \left| 1 - \frac{1}{6} \exp\left(-\frac{g_0 + g_M - g_{0,r}}{KT}\right) \right|^{\frac{8L^2}{3b^3} \exp\left(\frac{g_{M,r}}{KT}\right)}, \quad (3)$$

где $g_{0,r}$ и $g_{M,r}$ являются соответственно свободными энергиями образования и миграции вакансий по границам зерен.

Из уравнения (3) следует, что чем больше размер зерна L и энергия миграции вакансий $g_{M,r}$, тем меньше вероятность преобладания зернограничной диффузии, но чем больше сумма $(g_0 + g_M - g_{0,r})$, тем вероятность эта выше.

На рис. 1 приведена кривая вероятности P при различных значениях размера зерна и свободной энергии миграции вакансий $g_{M,r}$.

Дорн и Моут [18] получили приближенное уравнение направленной диффузии вакансий под действием напряжений, протекающей посредством зернограничной диффузии:

$$\dot{\gamma} = \frac{8\alpha\beta\Omega D_d}{L^2 KT} \tau, \quad (4)$$

где $\dot{\gamma}$ — скорость деформации сдвига;
 α — коэффициент, несколько меньший единицы;
 $\beta \approx 1$;
 D_d — коэффициент зернограничной диффузии;
 τ — касательное напряжение.

В этом выражении коэффициент α учитывает некоторое отличие концентрации вакансий в условиях диффузии от равновесной, а правочный коэффициент β характеризует распределение приложенного напряжения по поверхности всего зерна¹.

¹ Напряжение сдвига и скорость сдвиговой деформации можно преобразовать в нормальное напряжение и скорость ползучести с помощью соотношений $\dot{\varepsilon} = \dot{\gamma}/\sqrt{3}$ и $\sigma = \sqrt{3} \tau$.

Позднее Кобл [19] разработал модель сферического зерна с растягивающим напряжением, приложенным вдоль полярной оси. Избыток вакансий, возникающий на полюсах, диффундирует к экватору, при этом диффузионный поток равен нулю на полюсах и на экваторе.

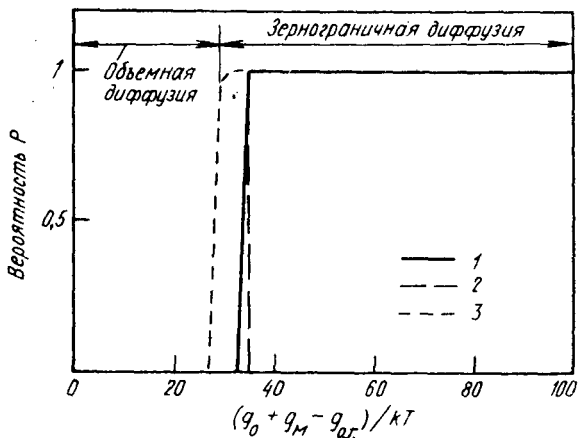


Рис. 1. Кривая вероятности сохранения вакансии на границе зерна в процессе диффузии

Кривая	L	g_{M-r}/kT
1	1000 b	20
2	1000 b	40
3	100 b	20

ре. Для поликристаллических материалов скорость ползучести, контролируемой зернограничной диффузией, определяется выражением [19]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{150D_r W \Omega}{L^3 K T} \sigma, \quad (5)$$

где W — ширина границы зерна.

Сравнение уравнений (2) и (5) показывает, что в том случае, когда величина

$$\frac{15W}{L} D_r > D_l, \quad (6)$$

предпочтение следует отдать ползучести за счет зернограничной диффузии.

Уравнения (2), (4) и (5) подтверждают, что процесс ползучести, контролируемый зернограничной диффузией, подчиняется закону

Ньютона, т. е. приложенное напряжение изменяется пропорционально скорости деформации. В условиях ньютоновского (вязкого) течения материал обнаруживает устойчивость к шейкообразованию. Такое поведение характерно для сверхпластичных материалов, при растяжении которых достигаются необычно большие удлинения (иногда более 1000%). Для характеристики способности этих материалов выдерживать столь большие равномерные — без образования шейки — деформации Бэкофен, Тернер и Эвери [20] ввели новый параметр: показатель чувствительности напряжения течения к скорости деформации:

$$m = \frac{\partial \log \sigma}{\partial \log \dot{\epsilon}} \quad (7)$$

Экспериментально показатель m определяется изменением скорости перемещения захватов при растяжении образца [20]. Ли и Бэкофен [21] на сплавах Ti—Zr показали, что скорость сверхпластической деформации контролируется диффузионным течением: показатель m был высоким ($\sim 0,7$), хотя и не равным единице, как при ньютоновском течении. Экспериментальные данные [22] говорят о том, что удлинение тем выше, чем больше значение показателя m . По мере его возрастания процесс деформации в большей степени контролируется диффузионным течением, и потому должны достигаться большие равномерные удлинения. Это означает, что с уменьшением скорости растяжения показатель m должен постепенно возрастать до единицы — как того требуют уравнения (2), (4) и (5). Однако некоторые экспериментальные результаты, приводимые дальше, говорят о противоположной закономерности. Показатель m может достигать предельного значения, равного нулю, несмотря на то что вклад диффузионного течения будет максимальным.

Материал и методика экспериментов

Цель данного исследования — выявление вклада деформации за счет диффузии в общую деформацию и установление зависимости его от величины приложенного напряжения или скорости растяжения. Одним из наиболее важных моментов при этом является выбор подходящего материала. Независимо друг от друга Суарес, Вайнер и Филлипс [23], Харрис и Йонес [24] и Карим, Холт и Бэкофен [25—26] показали, что на сплаве Mg+0,5% Zr можно получить непосредственное металлографическое доказательство существования диффузионного течения. Величина зерна прессованных брусков указанного сплава составляла 25 мкм. Химический состав этого сплава следующий, % по массе (<): 0,01 Al; 0,01 Cd; 0,001 Cu; 0,001 Fe; 0,01 Mn; 0,001 Ni; 0,008 Pb; 0,018 Si; 0,01 Sn; 0,02 Zn; 0,52 Zr (остальное магний). Из этих брусков изготавливали образцы с длиной рабочей части 25,4 мм и диаметром 5 мм. Часть образцов отжигали в атмосфере водорода при 450°С в течение 30 мин. При этом происходило образование частиц гидрида циркония¹, причем их бы-

¹ Частицы гидрида циркония служили индикаторами процесса диффузионного течения.

ло особенно много в обогащенных цирконием строчках, образующихся при прессовании брусков. Размер зерна после отжига составлял примерно 30 мкм.

Испытания на ползучесть проводили в водороде, поэтому следующую партию образцов в водороде предварительно не отжигали — выдержки образцов перед испытанием в течение 30 мин было достаточно, чтобы в них образовалось значительное количество частиц гидрида циркония. Высокотемпературное растяжение образцов в атмосфере водорода привело к образованию обедненных выделениями гидрида циркония зон вдоль границ зерен, расположенных почти перпендикулярно оси растяжения (рис. 2). При испытаниях на сжатие такие зоны образуются вдоль границ зерна, расположенных параллельно оси сжатия (рис. 3). Для объяснения этих результатов необходимо допустить, что деформация образцов сопровождается процессом диффузионного течения.

Микроспектральный анализ обедненной зоны в поперечном направлении показал, что интенсивность характеристической линии циркония L падает до значения, близкого интенсивности ее в чистом магнии (рис. 4). Такой результат становится понятным, если допустить, что указанные зоны образуются посредством диффузионного переноса атомов магния. Ширина свободных зон зависит от продолжительности испытания (при постоянном напряжении), температуры, напряжения и скорости растяжения. Однако в установившемся режиме вклад деформации, обусловленной диффузионным течением, можно определить делением средней ширины образовавшейся зоны (среднее арифметическое размеров зон по обоим сторонам зерна) на величину зерна в продольном направлении L_0 (см. рис. 5). Для каждого образца измерения проводили на семидесяти произвольно выбранных зернах и для определения вклада в общую деформацию деформации за счет диффузионного течения использовали вычислительную машину. Надежность определения пределов этого вклада составляет 95%. Однако, к сожалению, сплав $Mg+0,5\% Zr$ был крупнозернистым ($L \sim 25+30$ мкм) и очень вязким, согласно уравнениям (2), (4) и (5); вклад диффузионного течения в общую деформацию оказался менее 20%, а показатель m был равен лишь 0,25 во всем диапазоне скоростей растяжения. Для оценки влияния водорода на образование обедненных зон часть испытаний проводили на воздухе при $500^\circ C$ на образцах без предварительной гидрирующей обработки.

Были предприняты значительные усилия для наблюдения рассмотренным выше методом диффузионной ползучести в сверхпластичном материале, чувствительность которого к скорости деформации должна быть гораздо большей. Предварительные исследования [27, 28] сплава $Mg+6\% Zn+0,5\% Zr$, известного как MgZK-60, показали, что он является высоко сверхпластичным материалом; но доказательств образования гидридных выделений или свободных зон в этих первых исследованиях не имеется. Оказалось, что цирконий в сплаве связан цинком и не мог входить в состав выделений, а температура испытаний ($270^\circ C$) была, вероятно, недостаточно высокой для того, чтобы установились диффузионные потоки значительной интенсивности. В мелкозернистом материале (<1 мкм) проведение такой работы обычными методами металлографии очень затруднено. Неизвестны также растворимости фаз в системе $Mg-Zn-Zr$. На рис. 6 представлены фазовые диаграммы двойных систем $Mg-Zn$

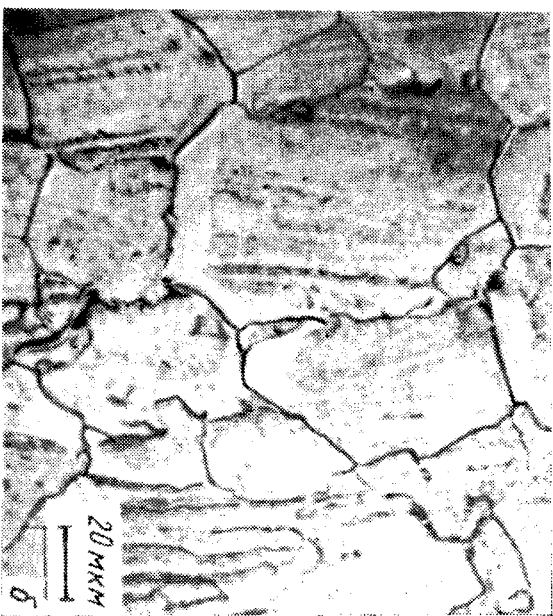
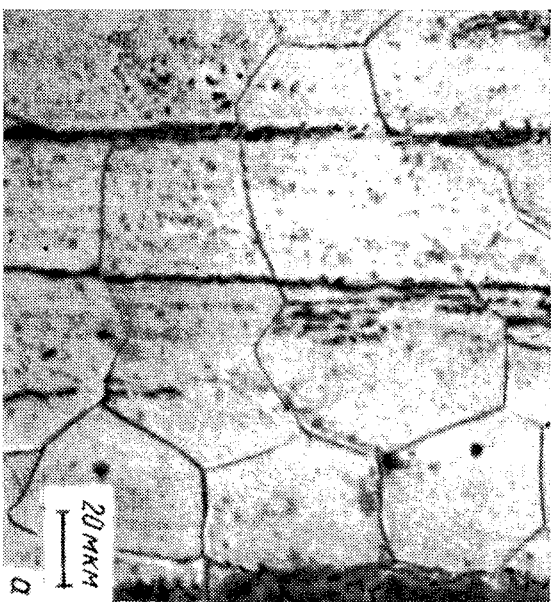


Рис. 2. Микроструктура сплава Mg+0,5% Zn:
 а — после выдержки при 500° С 30 мин в водороде; б — свободные от выделений зоны, образовавшиеся после деформации сплава растяжением на 45% с начальной скоростью деформации $3,33 \cdot 10^{-5}$ сек $^{-1}$, ось напряжения — вертикальная [26]



Рис. 3. Свободные от выделений зоны, образовавшиеся в сплаве Mg+0,5% Zn по границам зерен, расположенным нормально к оси растяжения (а) и параллельно оси сжатия (б). В обоих случаях ось напряжения вертикальна, температура испытания 500°С и начальная скорость перемещения захватов 0,05 мм/мин. Заметен сдвиг экстрозионных строчек (А) вдоль границ зерен. Очевиден также поворот зерен

и Mg—Zr [34]. Делая на их основе допустимые предположения о возможной фазовой диаграмме тройной системы Mg—Zn—Zr, различными видами термической обработки пытались получить выделения гидридов в сплаве MgZK-60. Наконец, Карим, Холт и Бэко-

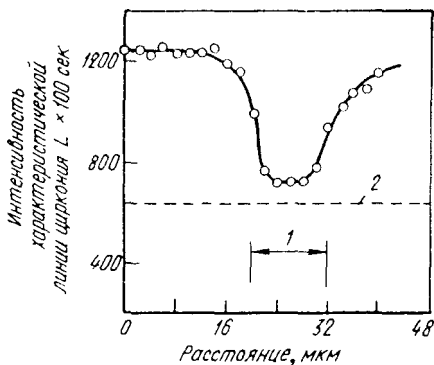


Рис. 4. Распределение интенсивности характеристической линии циркония L поперек зоны, свободной от выделений в сплаве Mg+0,5% Zr (деформация 45% при 500° С, начальная скорость $3,33 \times 10^{-5} \text{ сек}^{-1}$ [26]):

1 — обедненная зона; 2 — уровень интенсивности линии циркония в чистом магнии

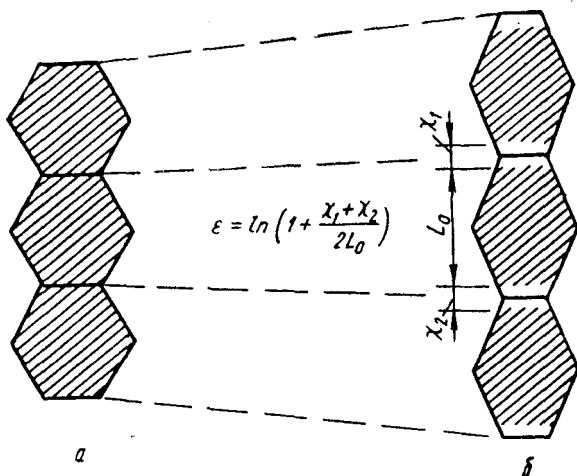


Рис. 5. Метод определения истинной деформации, обусловленной диффузией, по величине свободных зон:

а — до деформации; б — после деформации

фен [25] сообщили, что отжиг при 495° С, 16 ч в атмосфере водорода действительно приводит к образованию частиц гидрида циркония, служивших индикаторами диффузионного процесса в последующих испытаниях. Такой отжиг давал стабильное, равноосное зерно величиной около 18,4 мкм. Затем образцы испытывали при 450° С на машине Инстрон и, как и в случае сплава Mg+0,5% Zr, испытания

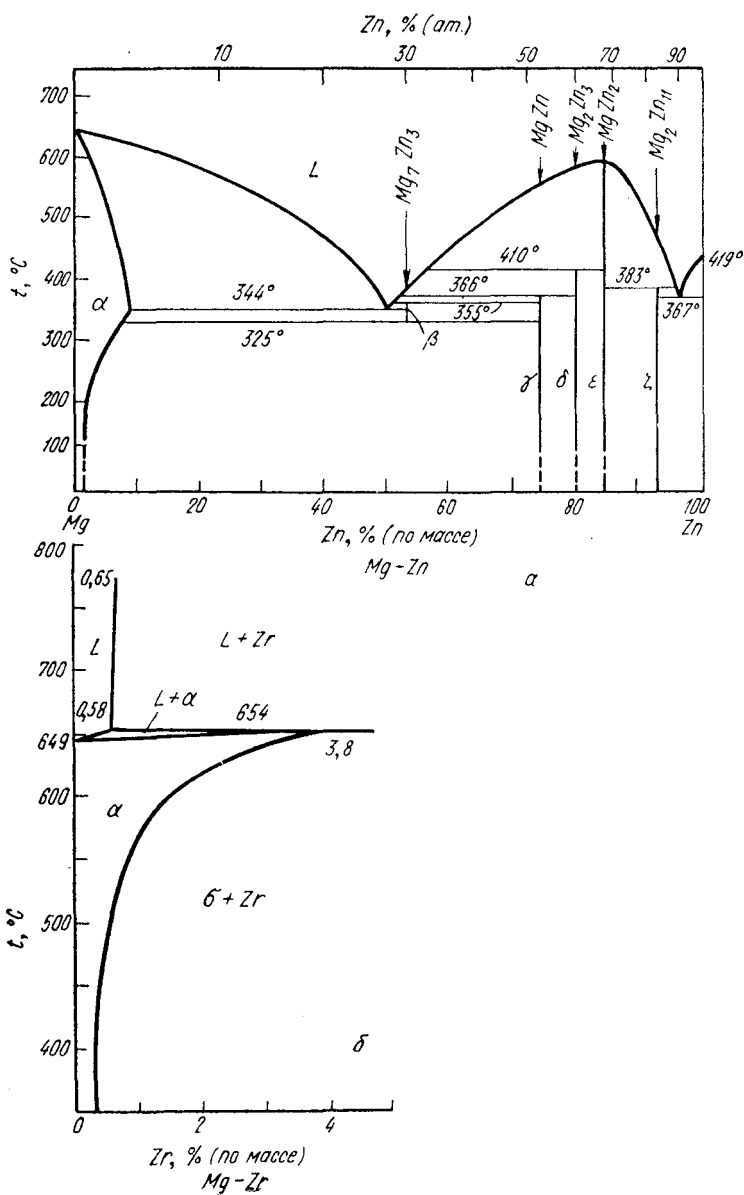


Рис. 6. Фазовые диаграммы систем Mg+Zn (а) и Mg+Zr (б)

на растяжение прерывались по достижении различных фиксированных значений степени деформации. Образцы для количественной металлографии приготавливали с помощью механической полировки и последующей электрополировки в электролите, содержащем $\frac{1}{3}$ азотной кислоты и $\frac{2}{3}$ метанола. Затем проводили травление в растворе, состоящем из 60 частей 6%-ной пикриновой кислоты, 24 частей уксусной кислоты и 16 частей дистиллированной воды. Время травления составляло около 2 сек.

Результаты эксперимента

В табл. 1—3 сведены результаты измерения деформаций, обусловленных диффузионным течением при растяжении образцов ряда материалов на машине Инстрон при различных температурах и скоростях. Данные пока-

Таблица 1

Величина обусловленной диффузией деформации
в гидрированном сплаве Mg+0,5% Zr
(испытания в водороде) при 500° С

Скорость растяжения, мм/мин	Начальная скорость деформации, сек ⁻¹	Величина заданной деформации	Деформация, обусловленная диффузией
0,05	$3,33 \times 10^{-5}$	0,35	$0,130 \pm 0,013$
0,05	$3,33 \times 10^{-5}$	0,62	$0,139 \pm 0,027$
0,125	$8,33 \times 10^{-5}$	0,35	$0,117 \pm 0,014$
0,125	$8,33 \times 10^{-5}$	0,65	$0,117 \pm 0,013$
0,250	$1,66 \times 10^{-4}$	0,35	$0,105 \pm 0,014$
0,250	$1,66 \times 10^{-4}$	0,60	$0,105 \pm 0,015$

Таблица 2

Величина обусловленной диффузией деформации предварительно не гидрированного сплава Mg+0,5% Zr при испытании в водороде

$t_{\text{исп}}$ °С	Скорость растяжения, мм/мин	Начальная скорость деформации, сек ⁻¹ · 10 ⁻⁵	Величина заданной деформации	Деформация, обусловленная диффузией
500	0,05	3,33	0,10	—
500	0,05	3,33	0,30	$0,148 \pm 0,018$
500	0,05	3,33	0,45	$0,184 \pm 0,024$
500	0,05	3,33	1,00	$0,176 \pm 0,017$
500	0,125	8,33	0,15	—
500	0,125	8,33	0,45	$0,132 \pm 0,019$
500	0,125	8,33	0,60	$0,135 \pm 0,018$
300	0,125	8,33	0,35	—
300	0,125	8,33	0,60	—

Таблица 3

Величина деформации, обусловленной диффузией в сплаве MgZK-60 при испытании в водороде (по Кариму и Бэкофену)

Температура испытаний, °С	Скорость растяжения, мм/мин	Начальная скорость деформации, сек ⁻¹	Величина заданной деформации	Деформация, обусловленная диффузией
450	0,05	$3,33 \times 10^{-5}$	0,70	$0,231 \pm 0,022$
450	0,05	$3,33 \times 10^{-5}$	1,04	$0,288 \pm 0,033$
450	0,05	$3,33 \times 10^{-5}$	1,50	$0,383 \pm 0,032$
450	0,125	$8,33 \times 10^{-5}$	0,70	$0,146 \pm 0,017$
450	0,125	$8,33 \times 10^{-5}$	1,50	$0,299 \pm 0,024$
450	0,125	$8,33 \times 10^{-5}$	2,10	$0,377 \pm 0,031$
450	0,250	$1,66 \times 10^{-4}$	0,70	$0,103 \pm 0,015$
450	0,250	$1,66 \times 10^{-4}$	1,50	$0,211 \pm 0,027$
450	0,250	$1,66 \times 10^{-4}$	2,21	$0,326 \pm 0,028$
450	5,00	$3,33 \times 10^{-3}$	0,70	—
450	5,00	$3,33 \times 10^{-3}$	1,50	$0,035 \pm 0,022$
450	5,00	$3,33 \times 10^{-3}$	2,00	$0,0983 \pm 0,017$
270	0,05	$3,33 \times 10^{-5}$	0,94	—
270	0,125	$8,33 \times 10^{-5}$	0,82	—

зывают, что при растяжении в водороде образцов сплава Mg+0,5% Zr деформация за счет диффузионной ползучести слабо зависит от предварительной гидрирующей обработки и от скорости растяжения и с увеличением задаваемой степени деформации при уменьшении скорости растяжения возрастает, приближаясь к значению в 20%. Поскольку при какой-либо постоянной скорости растяжения величина задаваемой степени деформации прямо пропорциональна времени испытания, то выявленная зависимость деформации при диффузионном течении в большей мере характерна для первичной ползучести, чем для процесса ньютоновского течения.

В предварительно негидрированных образцах сплава Mg—0,5% Zr при испытании со скоростями $3,33 \cdot 10^{-5}$ и $8,33 \cdot 10^{-5}$ сек⁻¹ и температуре 500°С*, деформация, обусловленная диффузией, отсутствовала.

Это говорит о том, что при испытании негидрированных образцов при 500°С на воздухе образования свободных от выделений зон не происходило. В этом случае

* Величина заданной деформации 0,45.

(при отсутствии выделений гидридов циркония) напряжение течения сплава понижалось почти до половины того, которое отмечалось при испытаниях в водороде. Так как границы зерен не заблокированы выделениями гидридов, основной вклад в деформацию вносится зернограницным скольжением, о чем свидетельствует сильное разветвление обогащенных цирконием строчек на границах, расположенных вдоль оси растяжения. Отсутствие гидридных выделений приводит также к большому

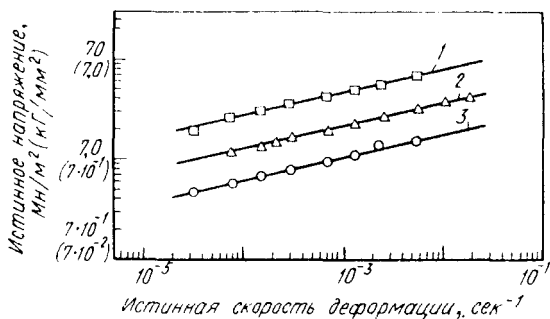


Рис. 7. Упрочнение, чувствительное к скорости деформации сплава Mg+0,5% Zr при испытании в водороде. Температура, °C:
1 — 300; 2 — 400; 3 — 500

росту зерна (коэффициент ненаправленного роста зерен [29] равен $2,0344 \pm 0,1923$ по сравнению с $1,4635 \pm 0,1123$ для испытаний в водороде с той же скоростью растяжения и при той же величине задаваемой степени деформации).

В испытаниях при 300°C в водороде вклад деформации за счет диффузионного течения был также незначителен. На рис. 7 показана зависимость напряжения течения сплава Mg+0,5% Zr от скорости деформации, из которой следует, что показатель n совершенно не изменяется во всем диапазоне скоростей растяжения и равен примерно 0,25. Приближенные значения скорости деформации, обусловленной диффузионным течением, можно получить делением величины деформации за счет диффузии (табл. 1, 2) на соответствующее время испытания. Используя результаты, приведенные на рис. 7, получим соотношение между напряжением и скоростью диффузионной ползучести (рис. 8 и 9).

Карим и Бэкофен провели детальное исследование

термически обработанного сплава MgZK-60 и попытались проанализировать сложный процесс деформации сверхпластичного материала при различных температурах и скоростях растяжения, определяя вклады в деформацию, обусловленные диффузионным течением,

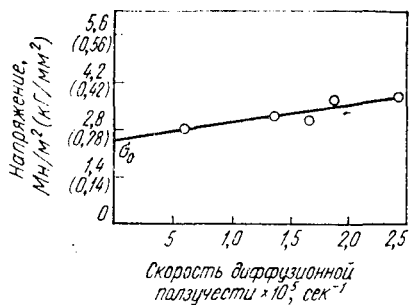


Рис. 8. Соотношение между напряжением и скоростью диффузионной ползучести гидрированного сплава Mg+0,5% Zr; величина зерна 30 мкм, испытания в водороде при 500° С

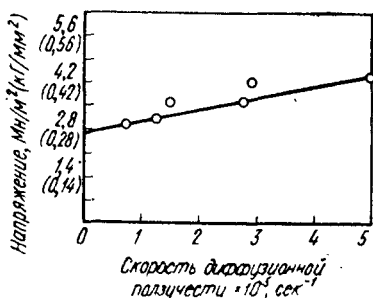


Рис. 9. Зависимость напряжения от скорости диффузионной ползучести сплава Mg+0,5% Zr без предварительной гидрирующей обработки, величина зерна 25 мкм, испытания в водороде при 500° С

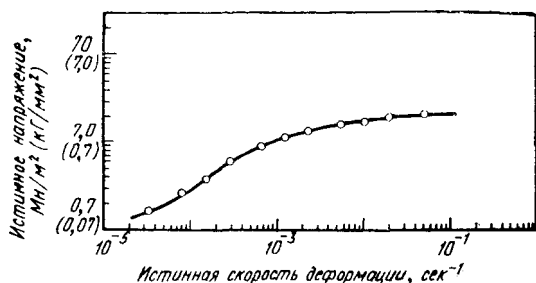


Рис. 10. Упрочнение, чувствительное к скорости деформации сплава MgZK-60, испытанного в водороде при 450° С (по Кариму и Бэкофену)

ползучестью по механизму скольжения и сдвигом по границам зерен. Приводимые ниже результаты измерения деформации, обусловленной диффузионным течением, взяты из неопубликованной работы Бэкофена. Сплав обладает высокой чувствительностью напряжения течения к скорости деформации (рис. 10), характеризующей сверхпластичный материал [20, 21]. На рис. 11 показана зависимость этого показателя от скорости деформа-

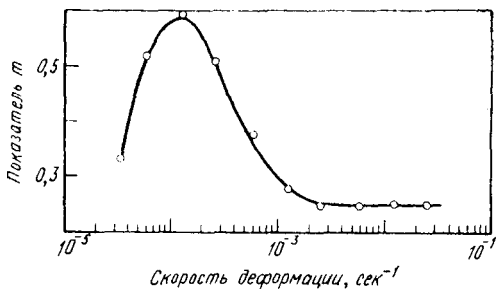


Рис. 11. Зависимость показателя чувствительности m от скорости деформации для сплава MgZK-60, испытанного в водороде при 450°C

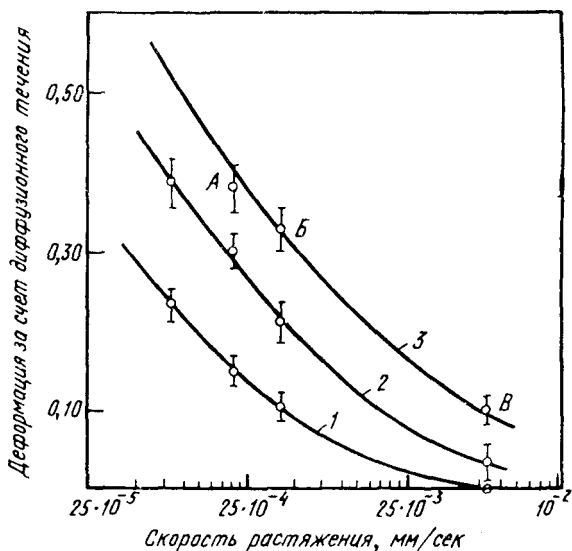


Рис. 12. Зависимость величины деформации, обусловленной диффузией от скорости растяжения для сплава MgZK-60, испытанного в водороде при 450°C (по Кариму и Бэкофену)

Обозначение	Растяжение образца, %	δ , %
1	70	—
2	150	—
3	До разрушения	210 (A) 221 (B) 220 (B)

ции: с уменьшением скорости растяжения показатель чувствительности уменьшается. На рис. 12 даны значения деформаций за счет диффузии вместе с разбросом этих значений (при 95% надежности определения пределов этих разбросов) для различных степеней деформаций и скоростей растяжения. Оказывается, что при данной степени деформации вклад диффузии повышает-

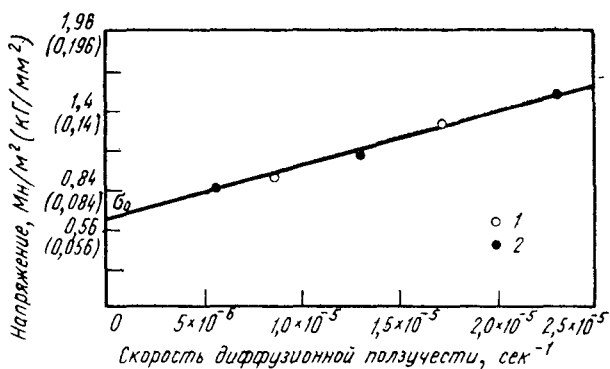


Рис. 13. Зависимость напряжения от скорости диффузионной ползучести сплава MgZK-60 с величиной зерна 18,4 мкм, испытанного в водороде при 450° С (по Кариму и Бэкофену). Растяжение образцов, %:

1 — 70; 2 — 150

ся с уменьшением скорости растяжения, несмотря на то что показатель чувствительности при этом падает (рис. 11). Скорость диффузии ползучести можно определить, как и ранее. Используя данные рис. 10, получим зависимость напряжение — скорость диффузионной ползучести для сплава MgZK-60 (рис. 13).

Обсуждение результатов

Бингхэм [30, 31] первым предположил, что зависимости, приведенные на рис. 8, 9 и 13, соответствуют деформационным характеристикам вязкого материала с начальным напряжением течения σ_0 . Эти зависимости характеризуют чисто диффузионное течение, к которому уравнения (2), (4) и (5) неприменимы. Однако, если представить эти уравнения в следующем виде:

Сравнение экспериментальных значений

Материалы	Величина зерна материала, $\mu\text{м}$	Экспериментальные значения	Из уравнения (8) Набарро—Херринга
		$(\text{сек} \cdot \text{Мн}/\text{м}^2)^{-1}$ $(\text{сек} \cdot \text{кг}/\text{мм}^2)^{-1}$	$(\text{сек} \cdot \text{Мн}/\text{м}^2)^{-1}$ $(\text{сек} \cdot \text{кг}/\text{мм}^2)^{-1}$
Гидрированный сплав Mg+0,5% Zr	30	$2,77 \cdot 10^{-5}$ ($2,77 \cdot 10^{-4}$)	$1,98 \cdot 10^{-6}$ ($1,98 \cdot 10^{-5}$)
Сплав Mg+0,5% Zr без предварительного гидрирования	25	$1,96 \cdot 10^{-5}$ ($1,96 \cdot 10^{-4}$)	$2,87 \cdot 10^{-6}$ ($2,87 \cdot 10^{-5}$)
Сплав MgZK-60 (данные Карима и Бэкофена)	18,4	$2,71 \cdot 10^{-5}$ ($2,71 \cdot 10^{-4}$)	$1,29 \cdot 10^{-6}$ ($1,29 \cdot 10^{-5}$)

$$\dot{\epsilon} = \frac{10D_l \Omega}{L^2 KT} (\sigma - \sigma_0), \quad (8)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{8\alpha\beta\Omega D_r}{L^2 KT} (\tau - \tau_0); \quad (9)$$

$$\dot{\epsilon} = \frac{150D_r W \Omega}{L^3 KT} (\sigma - \sigma_0); \quad (10)$$

то можно получить обычную форму кривых на рис. 8, 9 и 13. В табл. 4 приведены экспериментальные значения скоростей диффузионного течения, полученные по данным рис. 8, 9 и 13. Здесь же даны теоретические значения скоростей ползучести, вычисленные по видоизмененным уравнениям Набарро—Херринга (8), Дорна—Моута (10) и Кобла (10) при значениях:

$$D_l = \exp(-32000/RT) \text{ см}^2/\text{сек}, D_r \approx \exp(-20000/RT) \text{ см}^2/\text{сек},$$

$$\Omega = 2,32 \cdot 10^{-23} \text{ см}^3 \text{ и } W = 0,5 \text{ нм } (5\text{\AA}) [28,32].$$

В случае крупнозернистого сплава Mg+0,5% Zr видоизмененное уравнение Набарро—Херринга предсказывает скорость течения, близкую к экспериментальным значениям. Значение энергии активации в $125,5 \text{ кДж/моль}$ (30 ккал/моль), определенное из рис. 14, построенного

Таблица 4

величины $\varepsilon/\sigma - \sigma_0$ с теоретическими

Из уравнения (9) Дорна—Моута		Из уравнения (10) Кобла		Отношение экспериментальных значений к расчетным, вычисленным по уравнениям		
$(\text{сек} \cdot \text{Мн}/\text{м}^2)^{-1}$	$(\text{сек} \cdot \text{кг}/\text{мм}^2)^{-1}$	$(\text{сек} \cdot \text{Мн}/\text{м}^2)^{-1}$	$(\text{сек} \cdot \text{кг}/\text{мм}^2)^{-1}$	(8)	(9)	(10)
$1,33 \cdot 10^{-3}$	$(1,33 \cdot 10^{-2})$	$1,24 \cdot 10^{-6}$	$(1,24 \cdot 10^{-5})$	13,9	0,021	22,3
$1,92 \cdot 10^{-3}$	$(1,92 \cdot 10^{-2})$	$2,14 \cdot 10^{-6}$	$(2,14 \cdot 10^{-5})$	6,83	0,01	9,14
$1,5 \cdot 10^{-3}$	$(1,5 \cdot 10^{-2})$	$2,29 \cdot 10^{-6}$	$(2,29 \cdot 10^{-5})$	20,9	0,018	11,8

по данным рис. 7, подтверждает этот вывод. Экспериментальное значение скорости ползучести примерно на порядок выше предсказываемого и это хорошо согласуется с данными, полученными ранее для других сплавов [34—36]. Однако в случае мелкозернистого сплава MgZK-60 более близкие к экспериментальным значениям скорости диффузионной ползучести дает видоизмененное уравнение Кобла (10), что является до некоторой степени подтверждением нашего ранее высказанного предположения. Из экспериментальных данных (см. рис. 8, 9 и 13) вытекает важный вывод: при очень низких скоростях растяжения напряжение лишь слегка превышает начальное напряжение течения, поэтому и показатель чувствительности к скорости деформации мал. Это происходит даже вопреки тому, что вклад в деформацию, обусловленный диффузионным течением, максимален именно при наименьшей скорости растяжения (см. рис. 12). Неньютоновский характер диффузионной ползучести указывает также на то, что показатель m должен повышаться с ростом скорости деформации, что экспериментально подтверждает ход левой ветви кривой на рис. 11. Течение становится ньютоновским лишь в пределе, когда $\sigma_0/\sigma \rightarrow 0$. Но задолго до этого при-

кладываемое напряжение становится настолько большим, что начинают преобладать другие, неньютоновские, процессы (подобно неконсервативному движению дислокаций) и показатель m начинает понижаться, что под-

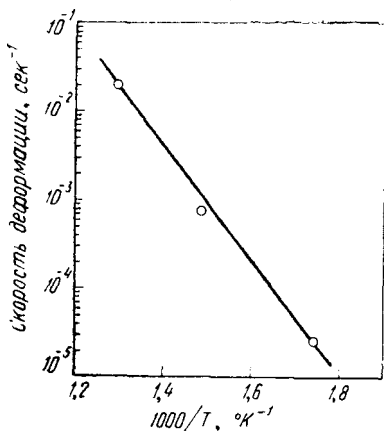


Рис. 14. Определение энергии активации диффузионного течения сплава Mg+0,5% Zr. Напряжение 14 Мн/м² (1,4 кг/мм²)

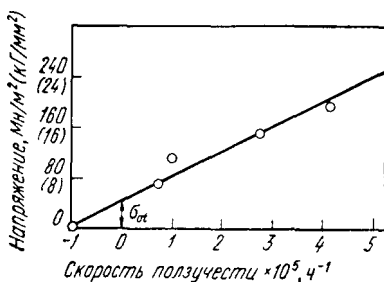


Рис. 15. Зависимость напряжения от скорости ползучести для медных фольг, испытанных при 1002° С (по Прентису и Паунду)

тверждается ходом правой ветви кривой на рис. 11.

Другой важной особенностью материала с неньютоновской вязкостью является их склонность к шейкообразованию при растяжении; для материала, подчиняющегося закону течения Ньютона, характерно отсутствие этого явления. При снижении скорости растяжения шейка вырисовывается все более отчетливо. Эта тенденция наблюдалась в данном исследовании и нет основания считать характер зависимостей напряжение—скорость ползучести, приведенный на рис. 8, 9 и 13, случайным.

Большинство ранних работ [34—36], так же как и последние исследования [37—38] вязкого течения металлов, были связаны с определением поверхностного натяжения в твердых телах. При слабом нагружении тон-

вверх захват, и простым вычислением находят величину поверхностного натяжения. На рис. 15 представлен такой график для меди. Очевидно, что полученная зависимость полностью следует соотношению

$$\dot{\epsilon} = \frac{\sigma - \sigma_{0f}}{\eta}, \quad (11)$$

где σ_{0f} — напряжение при $\dot{\epsilon} = 0$, требующееся для уравновешивания сил поверхностного натяжения.

Важно отметить, что линейная зависимость скорости ползучести от напряжения не является достаточным основанием для вывода о том, что ползучесть контролируется механизмом диффузии вакансий. У Харпера и Дорна [39] эти результаты вызвали некоторые обоснованные возражения, и они показали, что, несмотря на линейную зависимость, высокотемпературная ползучесть поликристаллического алюминия при низких напряжениях не контролируется механизмом Набарро — скорее всего это можно объяснить движением ступенчатых винтовых дислокаций [18].

Ими было отмечено также, что все ранние результаты по ползучести металлов при низких напряжениях можно представить в виде простых зависимостей параметра Зинера — Холломена от истинного напряжения (рис. 16), что является свидетельством идентичности контролирующих механизмов ползучести, предложенных во всех ранних работах. Позднее Хондрос [37, 38] применил механизм Набарро — Херринга для чистого железа и его сплавов. Однако результаты его наблюдений первой стадии ползучести противоречат этому механизму, поскольку градиент концентрации вакансий непосредственно после нагружения не может превышать значения этого градиента на стадии установившейся ползучести.

Во многих работах детально исследованы основные механизмы высокотемпературной ползучести керамических материалов. Показано, что поликристаллические Al_2O_3 [41, 42] и BeO [43—45] заметно деформируются в широком диапазоне напряжений и температур посредством направленной диффузии вакансий под действием напряжений. График, приведенный на рис. 17, построен по данным Фолвиллера [41] для Al_2O_3 , а зависимости

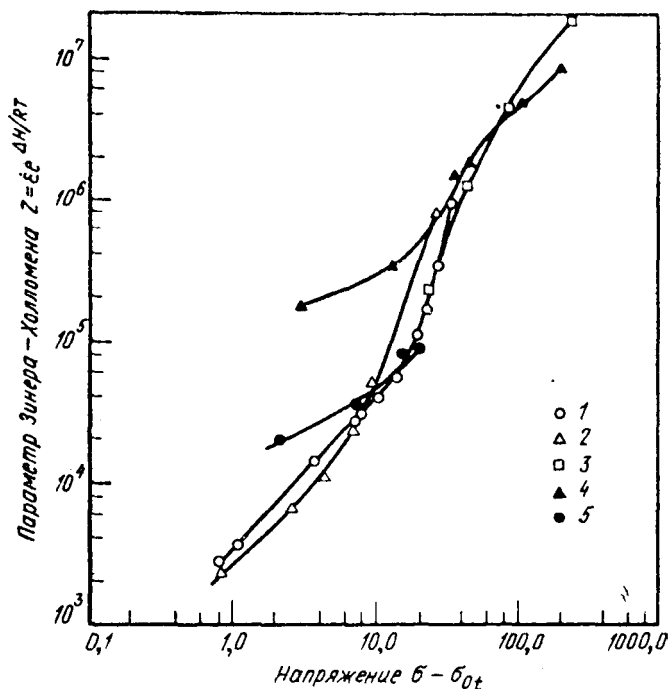


Рис. 16. Зависимость параметра Зенера — Холломена от напряжения $\sigma - \sigma_0 t$, построенная по результатам ранних исследований ползучести металлов при низких напряжениях:

Кривые	Металл	ΔH , кдж/моль (ккал/моль)	Автор
1	Al	149 (35,5)	Харпер, Дорн
2	Au	210 (50)	Батнер, Удин, Функ
3	Au	210 (50)	Александр, Даусон, Клинг
4	Au	210 (50)	Александр, Кучинский, Даусон
5	Cu	201 (48)	Прентис, Паунд

на рис. 18 и 19 — по данным о ползучести BeO при испытаниях на сжатие. Хотя эти результаты первоначально рассматривались в качестве хорошего экспериментального подтверждения механизма диффузионной ползучести, зависимости, изображенные графически на рис. 17—

Рис. 17. Зависимость напряжения от скорости ползучести в Al_2O_3 с величиной зерна на 34 мкм испытанном при 1700° С (по Фолвиллеру)

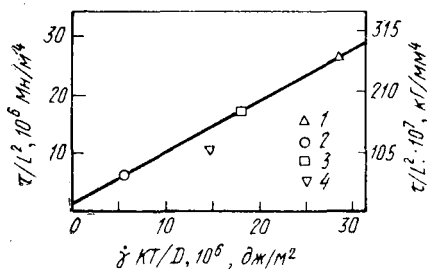
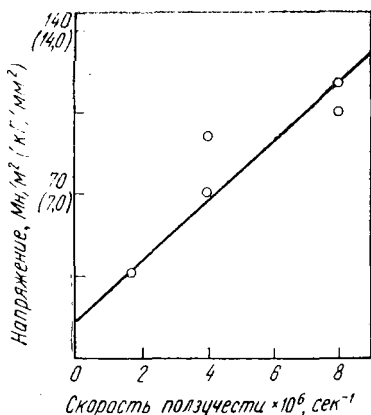
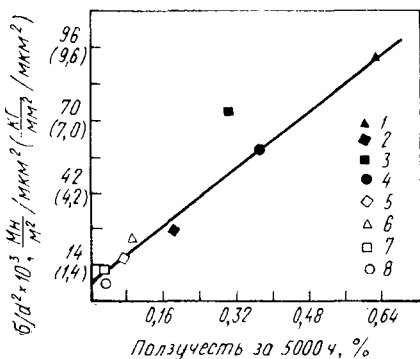


Рис. 18. Зависимость отношения τ/L^2 от параметра $\gamma kT/D$ для BeO при 1482° С (по Вандервоорту и Бармеру). Величина зерна, мкм: 1 — 8,8; 2 — 9,4; 3 — 9,7; 4 — 10,1

Рис. 19. Зависимость деформации за 500 ч при ползучести BeO при 1200° С от напряжения и величины зерна (по Чандлеру, Дудерштадту и Уайту)



Обозначение	L, мкм	σ , Мн/м ² (кг/мм ²)	Обозначение	L, мкм	σ , Мн/м ² (кг/мм ²)
1	15	21 (2,1)	5	36	21 (2,1)
2	16	21 (2,1)	6	42	42 (4,2)
3	17	21 (2,1)	7	41	21 (2,1)
4	19	21 (2,1)	8	46	14 (1,4)

19, следует считать доказательством процесса ползучести с начальным напряженным течением.

Недавно Лифшицем [46], Гиббсом [47] и Гиббсом и Харрисом [48] было показано, что для сохранения сплошности образца деформация поликристаллов путем диффузионного течения должна сопровождаться проскальзыванием по границам зерен. Это свидетельствует о

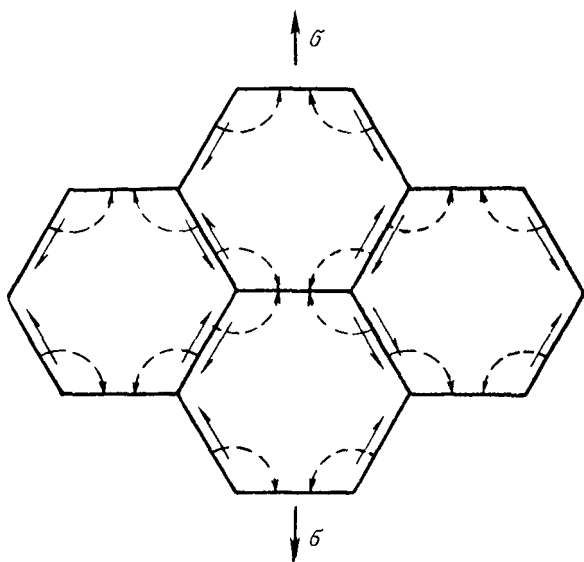


Рис. 20. Схема потоков самодиффузии с одновременным проскальзыванием по границам при действии на твердое поликристаллическое тело растягивающего напряжения

том, что напряжение σ_0 связано с низкой чувствительностью сопротивления границы зерна к скорости деформации [27, 28]. Схематическое изображение процесса диффузионного течения представлено на рис. 20.

Интересно отметить, что еще в своей ранней работе по высокотемпературному деформированию серебра Гриноф [34] наблюдал выступы на границах зерен, расположенных под небольшими углами к оси напряжения. При вязкой ползучести алюминия вблизи температуры плавления Харпер и Дорн [39] также наблюдали проскальзывание по границам зерен. Явление смещения по границам зерен при сжатии-растяжении иллюстрирует рис. 3.

Вращающий момент сдвиговой пары сил (см. рис. 20) может вызвать поворот зерна, если он преодолет сопротивление противодействующих сил. Такая возможность подтверждена экспериментально (см. рис. 3). Еще одним подтверждением этих представлений является работа Карима и Бекофена [50], выполненная на образцах сплава MgZK-60 с величиной зерен 0,8; 4 и

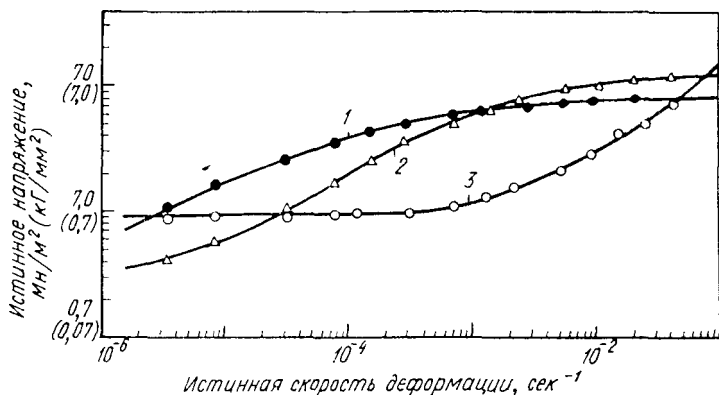


Рис. 21. Зависимость чувствительного к скорости деформации упрочнения от величины зерна сплава MgZK-60 при 270°С (по Кариму и Бекофену). L , мкм:

1 — 10; 2 — 4; 3 — 0,8

10 мкм. Из данных этих авторов (рис. 21) следует, что σ_0 изменяется обратно пропорционально величине зерна. Это понятно, если предположить, что σ_0 обусловлено сопротивлением границ сдвигу. Можно предположить также, что начальное напряжение течения σ_0 становится значительным только в мелкозернистых материалах, обладающих малой вязкостью и потому более склонных к диффузионной ползучести.

В настоящее время предполагается [49, 50], что процесс зернограничного проскальзывания контролируется движением особых зернограничных дислокаций. Для движения таких дислокаций, как и для движения дислокации в матрице зерна, можно представить существование «порогового» напряжения или «напряжения течения границы». Это напряжение, ниже которого процесс скольжения посредством движения зернограничных дис-

локаций невозможен и оно может повысить напряжение σ_0 . В принципе, пороговое напряжение можно подсчитать с помощью модели напряжений Пайерлса.

Необходимо отметить, что начальное напряжение течения не всегда играет отрицательную роль, хотя и лишает материал характеристик чисто ньютоновязкого поведения и равномерной деформации. Уровень напряжения в момент начала возникновения диффузионной ползучести часто рассматривают как теоретический предел сопротивления ползучести.

Это накладывает ограничения на использование материалов, склонных к диффузионной ползучести, особенно в атомных реакторах. Поскольку диффузионную ползучесть можно затормозить или значительно уменьшить повышением напряжения σ_0 , это явление представляет значительный практический интерес.

Выводы

1. Сплавы $Mg+0,5\% Zr$ и $Mg+6\% Zn+0,5\% Zr$ предоставляют возможность особыми методами определить вклад в деформацию, обусловленный диффузией.

2. Вклад такой деформации в общую деформацию этих сплавов составляет только некоторую часть последней.

3. По достижении начального напряжения течения σ_0 , зависимость напряжения от скорости деформации, обусловленной диффузией, становится линейной.

4. Имеющиеся в литературе данные по диффузионной ползучести металлов и керамических материалов также, по-видимому, указывают на существование начального напряжения течения.

5. Существование этого начального напряжения делает диффузионное течение неньютоновским по характеру и лишает материал способности к равномерному растяжению (без образования шейки).

6. Показатель чувствительности напряжения течения материала к скорости деформации мал в том интервале скоростей растяжения, где вклад в общую деформацию, обусловленный диффузией, наиболее значителен.

7. Природа напряжения σ_0 остается не выясненной, имеются весьма четкие указания на то, что оно, возможно, обусловлено сопротивлением границ зерен сдвигу.

8. Уравнение Набарро — Херринга с учетом σ_0 предсказывает скорость диффузионного течения крупнозернистых материалов (Mg+0,5% Zr).

9. Уравнение Кобла с учетом σ_0 оказывается более приемлемым для мелкозернистых материалов (Mg+6% Zn+0,5% Zr).

10. Поскольку диффузионную ползучесть можно затормозить или уменьшить, повысив значение начального напряжения течения σ_0 , сопротивление ползучести материала можно увеличить до величины больше той, которая до сих пор известна как теоретический предел сопротивления ползучести материала.

Список литературы

1. Mott N. F. *Phil. Mag.*, 1952, v. 143, p. 1151.
2. Seeger A. *Phil. Mag.*, 1955, v. 46, p. 1194.
3. Weertman J. *J. Appl. Phys.*, 1955, v. 26, p. 1213.
4. Thompson R. M., Balluffi R. W. *J. Appl. Phys.*, 1962, v. 33, p. 803, 817.
5. Chang R. In «The Physics and Chemistry of Ceramic», Gordon and Breach, 1963, p. 275.
6. Cheng C. Y. a. o. *Trans. TMS-AIME*, 1968, v. 242, p. 890.
7. Mott N. F. In «Creep and Fracture of Metals at High Temperatures», H. M. Stationary Service, London, 1956, p. 21.
8. Hirsch P., Warrington W. *Phil. Mag.*, 1961, v. 6, p. 735.
9. Friedel J. *Phil. Mag.*, 1956, v. 46, p. 1169.
10. Raymond L., Dorn J. E. *Trans. AIME*, 1964, v. 231, p. 560.
11. Barrett C. R., Nix W. D. *Acta Met.*, 1965, v. 13, p. 1247.
12. Karim A. *Scripta Met.*, 1968, v. 2, p. 303.
13. Karim A. *Can. J. Phys.*, 1968, v. 46, p. 2425.
14. Karim A. *Trans. TMS-AIME*, 1969, v. 245, p. 1122.
15. Karim A. AMD Symposium on Dislocation Climb and High-Temperature Creep Processes, Detroit, Michigan, 1968.
16. Nabarro F. R. N. In «Report of a Conference on the Strength of Solids», The Physical Society, London, 1948, p. 75.
17. Herring C. *J. Appl. Phys.*, 1950, v. 21, p. 437.
18. Dorn J. E. In «High Temperature Structures and Materials», Pergamon Press, 1963, p. 95.
19. Coble R. L. *J. Appl. Phys.*, 1963, v. 34, p. 1679.
20. Backofen W. A. a. o. *Trans. ASM*, 1964, v. 57, p. 980.
21. Avery D. H., Backofen W. A. *Trans. ASM*, 1965, v. 58, p. 551.
22. Lee D., Backofen W. A. *Trans. AIME*, 1967, v. 239, p. 1034.
23. Squires R. L. a. o. *J. Nucl. Mat.*, 1963, v. 8, p. 77.
24. Harris J. E., Jones R. B. *J. Nucl. Mat.*, 1963, v. 10, p. 360.
25. Karim A. a. o. *Trans. TMS-AIME*, 1969, v. 245, p. 1131.
26. Karim A. a. o. *Trans. TMS-AIME*, 1969, v. 245, p. 2421.
27. Backofen W. A. a. o. *Trans. TMS-AIME*, 1968, v. 242, p. 329.

28. Backofen W. A. a. o. In «Ductility», ASM, Metals Park, Ohio, 1968, p. 279.
29. Rachinger W. A. J. Inst. Metals, 1952--1953, v. 81, p. 33.
30. Bingham E. C. «An Investigation of the Laws Plastic Flow», U. S. Bureau of Standards, Scientific Paper No. 278, 1919.
31. Bingham E. C., Green H. Proc. ASTM, 1919, v. 19, p. 640.
32. Jones R. B. Nature, 1965, v. 207, p. 70.
33. Emley E. F. Principles of Magnesium Technology, Pergamon Press, 1966, p. 953.
34. Greenough A. P. Phil. Mag., 1952, v. 43, p. 1075.
35. Prantis A. L., Pound G. M. Trans. TMS—AIME, 1955, v. 203, p. 664.
36. Buttner F. H. a. o. Trans. TMS—AIME, 1952, v. 194, p. 401.
37. Hondros E. D. Phys. Stat. Sol., 1967, v. 21, p. 375.
38. Hondros E. D. Proc. Roy. Soc., v. A286, 1965, p. 479.
39. Harper J., Dorn J. E. Acta Met., 1957, v. 5, p. 654.
40. Alexander B. H., Kuczynski G. C. In «The Physics of Powder Metallurgy», McGraw-Hill, 1949, p. 202.
41. Folweiler R. C. J. Appl. Phys., 1961, v. 32, p. 773.
42. Warshaw S. I., Norton F. H. J. Am. Ceram. Soc., 1962, v. 45, p. 479.
43. Chandler B. a. o. J. Nucl. Mat., 1963, v. 8, p. 329.
44. Chang R. J. Nucl. Mat., 1959, v. 1, p. 174.
45. Vandervoort R. R., Barmore W. L. Compressive Creep of Polycrystalline Beryllium Oxide, UCRL—6748, 1962.
46. Лифшиц И. М. ЖЭТФ, 1963, т. 17, с. 909.
47. Gibbs G. B. Mem. Sci. Rev. Mat., 1965, v. 62, p. 781.
48. Gibbs G. B., Harris J. E. Diffusion at Solid—Solid Interfaces, Melbourne Conference on Interfaces, 1969.
49. Ishida Y., Brown M. H. Acta Met., 1967, v. 15, p. 857.
50. Karim A., Backofen W. A. Mat. Sci. Eng., 1968—1969, v. 3, p. 306.

УДК 669.017:539.52

Т. Дж. ХЕДЛИ, Д. КАЛИШ, И. И. АНДЕРВУД

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ

Сверхпластичность сплавов считается в настоящее время хорошо изученным явлением. Выяснены многие факторы, контролирующие сверхпластическую деформацию, благодаря чему стало возможным практическое использование этого явления. Следствием такого прогресса явилось то, что большее число известных металлических сплавов рассматривается в настоящее время как сплавы

птенциально сверхпластичные. Значительно вырос объем информации о практическом использовании сверхпластичности в ряде отраслей промышленности.

В данном обзоре практических приложений эффектов сверхпластичности основное внимание уделено только одной особенности сверхпластичных сплавов — сверхмелкому зерну. Эта особенность, несомненно, самая важная характеристика микроструктуры сверхпластичных сплавов.

В статье рассмотрены характерные признаки сверхпластичности и методики измерения очень малых зерен и обсуждаются методы формоизменения и перспективы использования сверхпластичности в промышленности.

Сверхмелкое зерно

Важнейшей характеристикой микроструктуры сверхпластичных сплавов является очень мелкое зерно (порядка нескольких микрон или меньше). Установлено, что большое значение имеют также форма зерен и их распределение. Зерна в двухфазном сплаве должны быть равноосными и равномерно распределенными. Для обеспечения максимальных удлинений объемное соотношение фаз в двухфазном сплаве должно быть близким к 1 : 1. Не менее важна и относительная стабильность размера зерна в процессе деформации при повышенных температурах. Сохранение мелкого зерна возможно при наличии дисперсных частиц на границах зерен, затрудняющих миграцию последних.

Наряду с очень мелким зерном необходимо наличие очень большой площади поверхности границ зерен. Такое соотношение следует из геометрических соображений, но при этом не совсем ясно самостоятельное значение большой площади границ зерен.

В сверхпластичном сплаве можно выделить три типа внутренних границ, которые в той или иной степени оказывают влияние на общий процесс сверхпластичности: мало- и высокоугловые границы в однофазном материале [1, 11] и высокоугловые некогерентные межфазные границы между различными фазами в многокомпонентных сплавах. Для таких сплавов наличие всех трех типов границ не является необычным (см. рис. 1).

При оценке относительной важности того или иного типа границ можно встретить чрезвычайно большие экспериментальные трудности вследствие очень малых размеров исследуемых зерен. Анализ указанной проблемы может быть облегчен в результате изучения сверхпластичности чистых металлов (без межфазных границ) или в некоторых эвтектических сплавах, имеющих только межфазные границы [2]. Другая проблема, обусловливаемая присутствием трех типов границ, связана с определением и измерением «размера зерна». Установившаяся в практике система измерения размера зерна и других важных параметров описана в приложении на с. 327.

Хотя относительный вклад каждого типа внутренней границы в общую сверхпластическую деформацию еще не выяснен, имеющиеся данные указывают на то, что межфазные и высокоугловые границы играют главную роль в скольжении по границам зерен. В этом отношении весьма показательным металлографическим исследованием сверхпластично деформированного образца сплава [3].

Перед деформацией на полированную внешнюю поверхность образца была нанесена сетка прямых линий. Выступы и искривления линий сетки на межфазных границах четко указывают на сильное вращение и скольжение зерен, происходящее в процессе сверхпластической деформации (рис. 2).

Одним из самых важных моментов, полученных в экспериментах [3] по скольжению границ зерен, является четкая прямизна линий сетки поперек зерен после деформации. Это указывает на за-



Рис. 1. Мало- и высокоугловые границы и межфазные границы в эвтектидном сплаве Al—Zn, деформированном при 250° С, $\times 16000$:

A — малоугловая граница в α -фазе; *B* — высокоугловая граница в α -фазе; *C* — α - β -межфазная граница

метное отсутствие деформации внутри зерен. Прерывистость линий сетки на границах четко показывает, что большая часть деформации приходится на долю пограничных зон. Кроме вращения зерен, происходит значительное скольжение по границам зерен; результирующие сдвиги (перемещения) на поверхности образца выявляются очень контрастно при использовании стереоскопических изображений или сканирующей электронной микроскопии [4] (рис. 3).

О правильности предположения вращения зерен на межфазных границах можно судить по изменению кривизны контуров границ зерен в сплаве Al+78% (по массе) Zn до и после деформации (рис. 4). После закалки и отжига микроструктура сплава характеризуется резко выраженной прямизной контуров межфазной границы. После сверхпластической деформации границы почти полностью скруглены. Такое изменение конфигурации границ очень важно в связи с теми механизмами, которые постулируют удаление

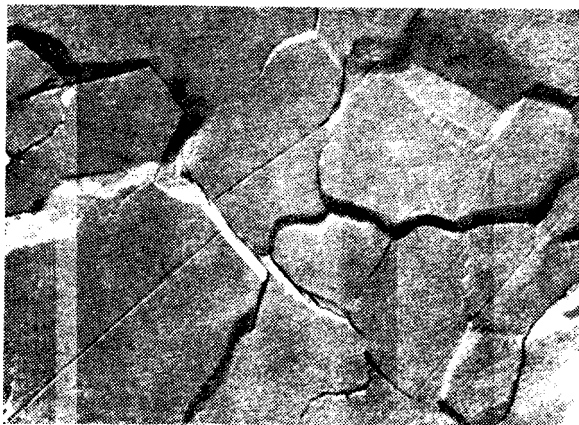


Рис. 2. Вращение зерен и скольжение по границам зерен в сверхпластично деформированном сплаве Sn+5% Bi



Рис. 3. Вращение зерен и скольжение по границам зерен в сверхпластично деформированном эвтектоидном сплаве Al—Zn, выявленное методом сканирующей электронной микроскопии

геометрических препятствий для скольжения зерен или их вращения [5].

Наличие процессов скольжения и вращения зерен в течение сверхпластической деформации свидетельствует о действии механизмов аккомодации, что позволяет образцу удлиняться без деформации внутри зерен. Препятствиями легкому вращению зерна мо-

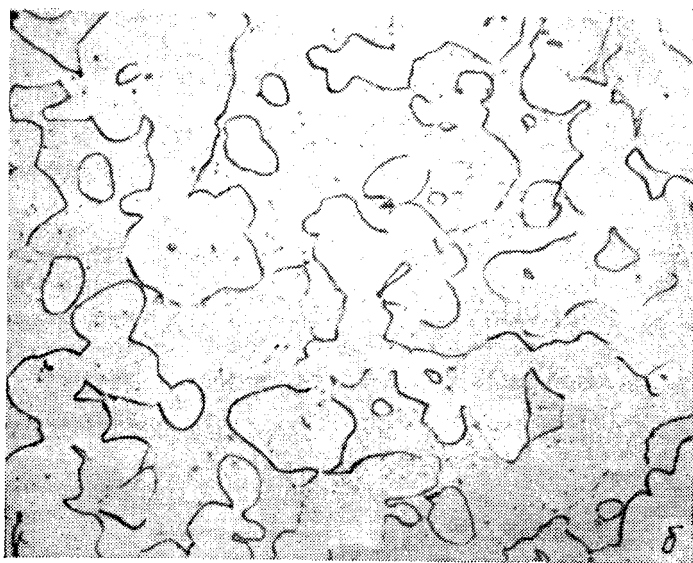
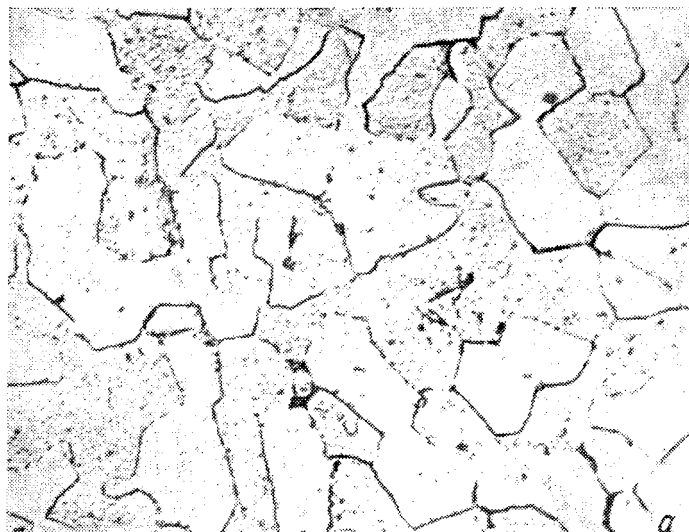


Рис. 4. Скругление межфазных границ в эвтектондном сплаве в результате сверхпластической деформации, $\times 6000$:

a — закаленный и отожженный образец (исходное состояние); *b* — после сверхпластической деформации

гут быть выступы на границах зерен, острые края на стыках трех зерен или определенные типы микроструктур (такие как пластинчатые структуры). Механизм (или механизмы) аккомодации, устраняющий препятствия к скольжению или вращению зерен, должен, по-видимому, зависеть от скорости деформации, хотя соответствие (экспериментальных данных) основному механизму аккомодации еще не означает его универсальности.

Джифкинс рассматривает различные диффузионные механизмы, которые контролируют скольжение по границам зерен, например

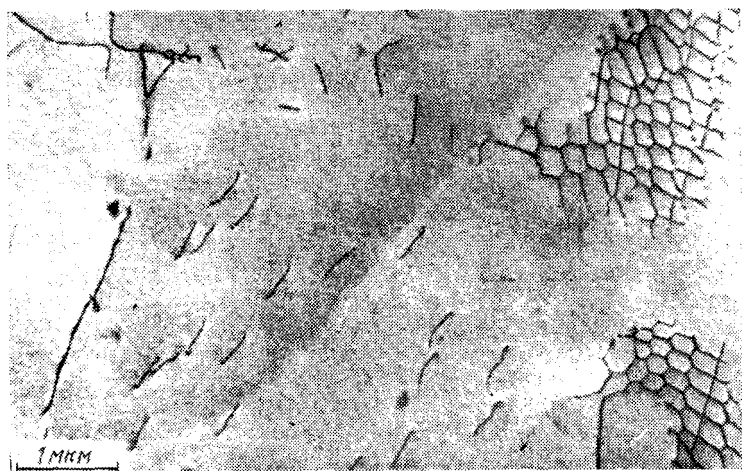


Рис. 5. Разрушение сетки дислокационных субграниц в сплаве Al+21% Zn при растяжении на 10% при 325°С и скорости деформации $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ мин}^{-1}$

диффузионную ползучесть вдоль границ [5] или атомно-вакансионное течение через выступы границ зерен [7]. Олден [8] также предлагает диффузионный механизм течения вокруг «выгибов» на границах зерен, согласно которому скольжение сопровождается диффузионным течением на неровных областях границ. Ишида и Браун [9] высказали предположение, что скольжение по границам зерен происходит при движении нерасщепленных дислокаций в плоскости границы посредством переползания и скольжения. Механизм аккомодации с помощью скольжения будет сглаживать неровные границы или края зерен, которые могли бы препятствовать дальнейшему скольжению.

Любое деформационное упрочнение, обусловленное таким процессом аккомодации, должно быть быстро снято возвратом [10], который происходит мгновенно в металлах с мелким зерном, или за счет динамического возврата, который играет главную роль при сверхпластической деформации эвтектоидных сплавов Al—Zn [11] (рис. 5).

Очевидно, что механизмы аккомодации, применяемые к сверхпластической деформации, должны сильно зависеть от структуры границ зерен. Внутризеренной диффузии или диффузии по межфазным границам способствует «пористая» структура границ [12]. Такая структура обычно рассматривается в атомных моделях высокоугловых некогерентных границ.

Так как пористость увеличивается при атомном несоответствии на границах, отдельные атомы на границе требуют большой свободы для движения внутри высокоугловой границы. В предельном случае атомы будут иметь неограниченную свободу перемещения.

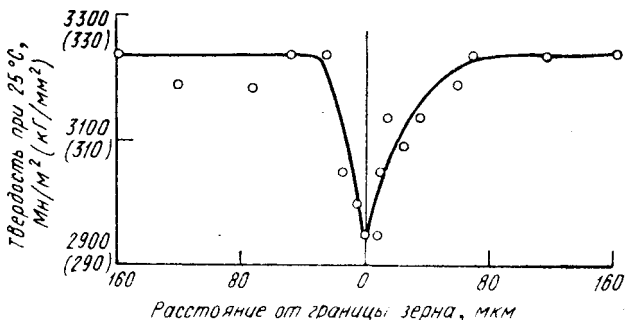


Рис. 6. Изменение твердости в зависимости от расстояния от границы зерна в закаленном бикристалле свинца

Это может быть причиной отсутствия микропор в сверхпластично-деформированных сплавах, так как любое нарушение границы зерна можно быстро исправить.

Вестбрук в работе [13] показал (рис. 6), что эффективная ширина границы зерна значительно больше (около 80 мкм), чем обычно принимаемые два—три межатомных расстояния. Более того, на фотографиях микроструктур полированных и протравленных образцов сверхпластичных сплавов часто обнаруживают растравленные пояски вокруг зерен [6, 14] вместо математически тонких линий — контуров границ. Наличие поясков вокруг зерен можно рассматривать как результат наличия градиента вакансий от границы зерна к соседним зернам. Если эти пояски представляют собой действительно эффективные области границ зерен, то объем материала границ зерен в мелкозернистых сплавах весьма значителен [до 10% (объемн.)]. В сущности можно считать, что зерна окружены толстым слоем пористого или «аморфного» материала границ зерен, и это обстоятельство следует учитывать при объяснении сверхпластичного скольжения по границам зерен или эффектов внутреннего трения.

Известно, что при высоких и низких скоростях деформации действуют различные механизмы деформации. При высоких скоростях деформации и низких температурах доминирует механизм сдвига, а при низких скоростях деформации и высоких температурах основным механизмом является диффузионная ползучесть. Между

этими случаями имеется переходная область, в которой преобладающим механизмом деформации становится скольжение по границам зерен. Этот переход происходит в относительно узком интервале скоростей деформации и температур для чистых металлов и в значительно более широком интервале — в случае сплавов¹.

На рис. 7 показаны характерные кривые, полученные при наличии широкой области перехода [15]. Основная экспериментальная кривая представляет зависимость напряжения от скорости деформации в логарифмических координатах. Индекс чувствительности напряжения к скорости деформации — показатель степени m —

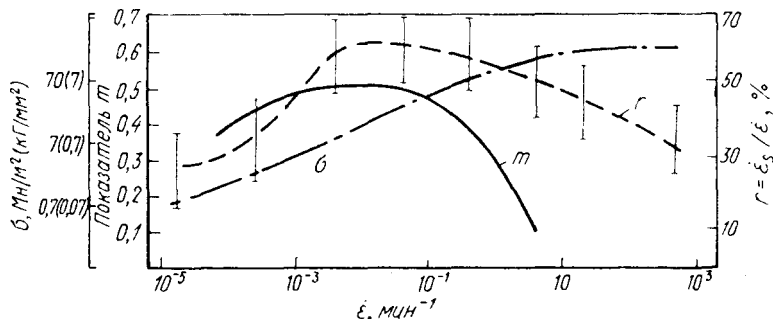


Рис. 7. Зависимость величины r (отношение деформации сдвигом по границам зерен к общей деформации, %), напряжения σ и показателя m от скорости деформации для сплава Al—Zn при 250° С

может быть получен из наклона этой кривой. Максимальное значение показателя m соответствует наибольшему эффекту сверхпластичности.

Пунктирная кривая показывает отношение сдвига по границам зерен к общей деформации. Характерной особенностью этой кривой является то, что ее максимум близок к максимуму на кривой $m =$

$$= f(\dot{\epsilon}), \text{ а величина } r = \frac{\epsilon_{\text{сдвига}}}{\epsilon_{\text{общ}}} (\%) \text{ снижается при высоких, а так-}$$

же низких скоростях деформации. При рассмотрении данных, приведенных на рис. 7, можно сделать вывод о том, что при определенных условиях испытаний (при оптимальной для сверхпластичности скорости деформации) более 60% общей деформации приходится на сдвиг по границам зерен.

Расширение этой переходной области может быть вызвано действием не одного, а нескольких механизмов. Сдвиг, скольжение по границам зерен и диффузионная ползучесть не всегда обеспечивают сопоставимые вклады в деформацию в определенных интервалах скоростей деформации. Более того, при достижении определенных температур и скоростей деформации один из указанных механизмов дает основной вклад в общую деформацию, тогда как действие других механизмов будет ослабевать.

¹ Например, таких, как эвтектоидные сплавы.

Были предложены два механизма, вызывающие вращение и скольжение групп зерен. Болл и Хатчисон [16] предложили модель скольжения групп зерен вдоль благоприятно ориентированной границы зерна, причем скольжение происходит до тех пор, пока оно не будет заблокировано неблагоприятно ориентированным зер-

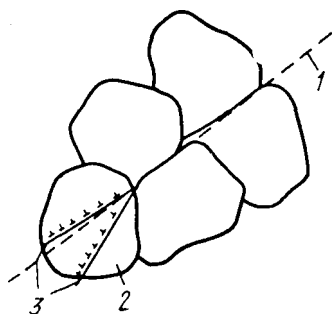


Рис. 8. Пограничное скольжение группы зерен, ориентированных для легкого скольжения:

1 — линия «легкого» скольжения границ зерен; 2 — зерно, препятствующее скольжению; 3 — нагромождение дислокаций в плоскостях, наиболее благоприятно ориентированных для скольжения

ном, как это показано на рис. 8. Образование нагромождений дислокаций приводит к появлению обратного напряжения, которое предотвращает дальнейшее скольжение. После ухода дислокаций посредством переползания к границам зерен скольжение возобновляется. Предложенный авторами работы [16] механизм весьма ин-

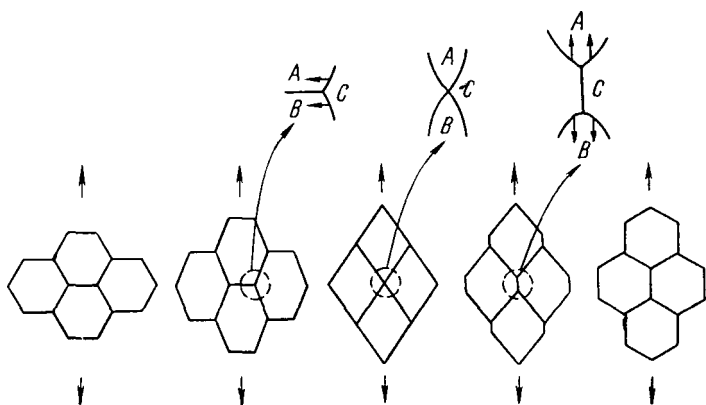


Рис. 9. Перераспределение группы зерен, позволяющее удлиняться образцу

тересен, но нагромождения дислокаций не наблюдались экспериментально, по крайней мере, в тонких фольгах, приготовленных из образцов после сверхпластической деформации. При динамических условиях возможна ситуация, описанная Боллом и Хатчисоном.

Другое предположение для движения групп зерен [17] основано на двумерной модели, предложенной первоначально для роста зерна. На рис. 9 показана четырехстадийная последовательность

перехода по механизму миграции границ зерен путем «искажения в результате продвижения границ». Результатом такого перехода является образование новой конфигурации зерен с 43%-ным удлинением их размера. Окончательная форма зерна остается неизменной по сравнению с начальной конфигурацией зерен. Если же вместо механизма «искажения в результате продвижения» рассмотреть скольжение (или вращение) двух нижних слева зерен относительно двух верхних правых зерен, то приходим к той же конечной конфигурации зерен. Таким образом, можно получить указанные удлинения в результате движения группы зерен, но без требующихся промежуточных изменений в форме зерен. Последний процесс лучше согласуется с экспериментальными наблюдениями.

Преимущества формоизменения металла в сверхпластичном состоянии

Сверхпластическая деформация имеет определенные преимущества перед другими способами формоизменения металлов, которые касаются процесса формоизменения, а также характеристик конечной микроструктуры. Наиболее очевидным преимуществом является высокая деформируемость сплавов, что позволяет значительно расширить пределы обычных методов формоизменения. Интенсивное пластическое течение обеспечивает значительно лучшее воспроизводство формы таких сложных изделий, как диски и фланцы, что дает возможность уменьшить или полностью исключить дорогостоящие операции механической обработки и уменьшить расход металла.

Число операций при обработке металла должно также уменьшиться, так как возможно получать за одну операцию формы заготовок, близкие к чистовому размеру. Изделия определенной формы во многих случаях могут быть получены только с помощью сварки отдельных частей, а при сверхпластической деформации — из одной заготовки, что снова снижает стоимость и исключает возможную потерю структурной стабильности в сварных швах.

Во многих случаях конструктору нежелательно лимитировать пластичность материала в конструкциях наиболее эффективной геометрической формы. Конечно, нет необходимости использовать весь запас пластичности сверхпластичного сплава. Часто требуется только небольшой процент от общего запаса пластичности для получения изделий сложной формы, которые нельзя изготовить обычными способами.

Важным преимуществом является также снижение рабочих усилий для деформирования сверхпластичных сплавов. При оптимальных условиях сверхпластичный сплав будет деформироваться и течь при очень низких приложенных напряжениях. Поэтому можно увеличить размеры обрабатываемых заготовок без опасения перегрузки существующего оборудования. Это, в свою очередь, снижает затраты, идущие на изготовление нового металлообрабатывающего оборудования. Меньшие усилия дают большую гибкость при выборе способа деформации. Например, практически показана возможность использования способа вакуумного формования (применяемого обычно в производстве пластмасс) для вытяжки листа из некоторых сверхпластичных сплавов. Снижение рабочих нагрузок при деформации и низкая сопротивляемость деформированию сверхпластичных сплавов позволят уменьшить износ инструмента и снизить стоимость штампов.

При сверхпластической деформации в металле фактически не сохраняется запасенная энергия или упругие остаточные напряжения, как в случае холодной деформации, поскольку для этих условий характерны непрерывный динамический возврат, скольжение по границам и вращение зерен. В случае отсутствия запасенной энергии сверхпластично деформированные детали должны быть более стабильными в коррозионных средах по сравнению с деталями, полученными по общепринятым методам обработки. Более того, из-за отсутствия остаточных упругих напряжений обеспечивается высокая стабильность размеров изделий после термической обработки. Отсутствие упругих деформаций важно, например, при гибке титановых сплавов.

Другим преимуществом сверхпластической деформации является хороший контроль микроструктуры и механических свойств в готовом изделии. Равноосная мелкозернистая микроструктура, сохраняющаяся после сверхпластической деформации, показана на рис. 4. В результате обычной деформации получается наследственная направленность формы зерен (рис. 10). Важным преимуществом равноосной микроструктуры зерен является то, что такая структура обеспечивает изотропность механических свойств. Многие детали, полученные обычными способами обработки, имеют низкую

ударную вязкость и сопротивление усталости в поперечном направлении из-за анизотропии микроструктуры. Подобным образом, низкое сопротивление коррозии под напряжением имеют материалы с микроструктурой «end-on-grain», а при сверхпластичном формоизменении такая микроструктура не образуется.

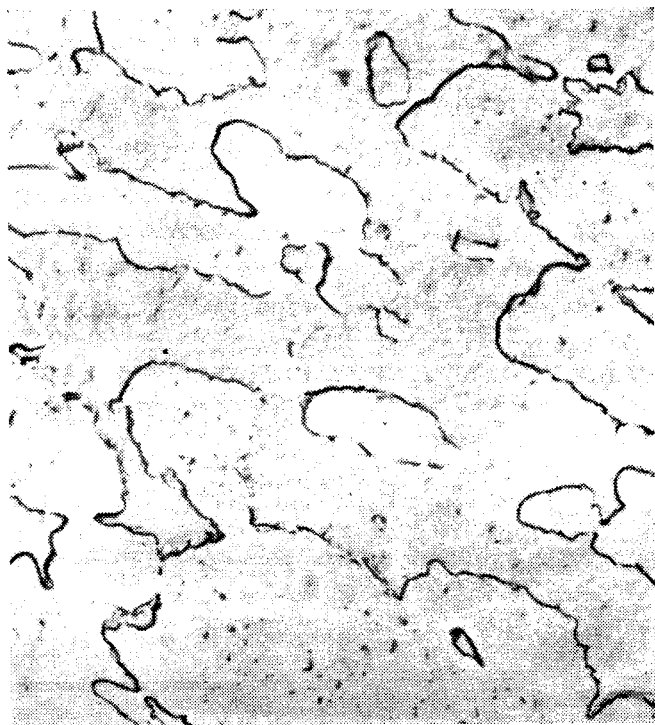


Рис. 10. Вытянутость зерен в эвтектоидном сплаве Al—Zn при несверхпластической деформации, $\times 6000$

В этом отношении эффекты, обусловленные кристаллографической текстурой, могут быть сведены к минимуму или полностью исключены при деформировании материала в сверхпластичном состоянии. Показано [18], что первоначальная текстурованность эвтектоидного сплава Al—Zn заметно уменьшается при сверхпластической деформации. Более того, не обнаружено тексту-

ры при сверхпластической деформации листового материала эвтектидного сплава, первоначально имеющего беспорядочную текстуру¹.

Промышленные сверхпластичные сплавы

Перечень известных в настоящее время сверхпластичных металлов и сплавов приведен в табл. 1. Некоторые сплавы представляют только лабораторный интерес, тогда как другие являются конструкционными промышленными сплавами, используемыми в технике.

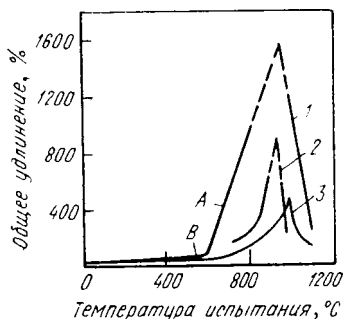


Рис. 11. Кривые температурной зависимости удлинения трех промышленных титановых сплавов, иллюстрирующие их сверхпластичное поведение. Пунктирной линией показаны экстраполированные данные

Кривая	Сплав	$\dot{\epsilon}_0, \text{мин}^{-1}$
1	Ti+6% Al+4% V	0,4
2	Ti+6% Al+2% V+4% Zr+6% Mo	0,4
3	Ti+8% Al+1% Mo+1% V	0,033

Явление сверхпластичности широко распространено в $\alpha+\beta$ -титановых сплавах (табл. 1). Исследователями из компании «Lockheed» описаны параметры сверхпластической деформации сплавов Ti+6% Al+4% V, Ti+8% Al+1% Mo+1% V и Ti+6% Al+2% V+4% Zr+6% Mo*. Кривые температурной зависимости общего удлинения этих сплавов приведены на рис. 11. Ли и Бэкофен [19] показали наличие сверхпластичности в сплавах Ti+5% Al+2,5% Sn и Ti+6% Al+4% V путем

* Неопубликованная работа компании Lockheed — Georgia Co.

Сверхпластичные металлы и сплавы

Состав, % (по массе)	Оптимальная температура сверхпластичности, °C
<i>Чистые металлы</i>	
Никель технической чистоты	820
β -плутоний	180
Цинк технической чистоты	20
<i>Бинарные сплавы</i>	
Al+33% Cu	500
Al+11,7% Si	550
Bi+Sn (различные составы)	30
Bi+43,5% Pb	30
Cd+26% Zn	20
Co+10% Al	1200
Cr+27,5% Co	1200
Cr+24% Ru	1290
Cu+20% Mg	650
Mg+32% Al	375
Mg+30,7% Cu	450
Mg+23,5% Ni	475
Pb+Cd (различные составы)	50—120
Pb+Sn (различные составы)	30
Pb+7,9% Tl	20
W+23% Re	2000
Zn+5% Al	325
Zn+22% Al	270
<i>Многокомпонентные сплавы</i>	
Al+12% Si+4% Cu	500
Cu+10% Al+4% Fe+0,8% Zn (0 lin 0629)	750
Fe+1,9% Mn+0,42% C	750
Fe+26% Cr+6,5% Ni+0,6% Ti+0,1% Al+ +0,2% C (IN-744X)	925
Различные низколегированные стали	800—900
Mg+6% Zn+0,5% Zr (ZK-60)	450
Ni+39% Cr+10% Fe+1,75% Ti+1% Al	900
Ti+6% Al+4% V	950
Ti+5% Al+2,5% Sn	1000
Ti+8% Al+1% Mo+1% V	1000
Ti+6% Al+7% V+4% Zr+6% Mo	950
Zr+1,5% Sn+0,2% Fe+0,1% Cr (циркаллоу 4)	900

измерения скорости деформации и температурной зависимости показателя m . Для этих сплавов показано, что максимум сверхпластичности обнаружен при температурах несколько ниже температуры β -превращения, т. е. в двухфазной $\alpha + \beta$ -области, в которой мелкодисперсная микроструктура сохраняется в течение изотермической деформации. Сплав Ti+6% Al+4V имел наибольшее удлинение (около 1600%), и такое его поведение обусловлено тем, что объемное соотношение двух фаз близко к оптимальной величине 1:1.

Значительно труднее выявить сверхпластичность в сталях. Однако важные сведения были получены от компании «International Nickel Company», сотрудники которой разработали новую серию хромоникелевых нержавеющей сталей, способных деформироваться сверхпластично. Одна сталь — Fe+26% Cr+6,5% Ni — освоена в промышленности и имеет марку IN-744X. В отличие от обычных однофазных нержавеющей сталей с размером зерна более 50 мкм сталь IN-744X является двухфазной с размером зерна 2—3 мкм. Микроструктура этого сплава, названная «микродулекс», состоит из мелкодисперсных выделений аустенита в ферритной матрице. Сталь IN-744X может иметь удлинение до 600% при 982,2°С. После деформации и отжига прочностные свойства стали при комнатной температуре примерно в два раза выше, чем у обычных нержавеющей сталей после закалки.

Сверхпластичность в системе Al—Zn была изучена значительно лучше, чем в любой другой системе легирования. Эвтектоидный состав [22% (по массе) Al] обнаруживает максимальную сверхпластичность. Удлинения до 1600% в этом сплаве были получены при температурах испытания 250—270°С. Этот сплав используют в промышленности и он производится компанией «Ball Brothers Incorporation» в США и «Rio Tinto Zinc Company» в Англии.

Многие промышленные сплавы могут быть формоизменены сверхпластично, если в сплаве получена определенная микроструктура и известны параметры деформации. Титановые сплавы, нагретые в двухфазной $\alpha + \beta$ -области, должны деформироваться сверхпластично при определенных параметрах нагружения. Даже метастабильные β -сплавы могут деформироваться сверхпла-

стично, если вначале они будут медленно охлаждены с температуры выше температуры β -превращения до $\alpha + \beta$ -области и затем продеформированы. После деформации посредством нагрева выше температуры β -превращения и закалки можно снова получить β -фазу при комнатной температуре.

Некоторые бериллиевые сплавы имеют идеальные для сверхпластичности микроструктуры. На рис. 12

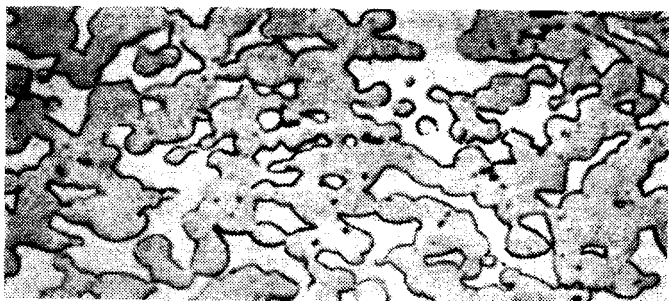


Рис. 12. Микроструктура сплава локаллой Be+33% (по массе) Al

показана микроструктура отожженного сплава локаллой [Be+38% (по массе) Al]. Двухфазная микроструктура по своему характеру напоминает микроструктуру сверхпластичных эвтектоидных сплавов. Зерно чрезвычайно мелкое и должно быть стабильно при высоких температурах ввиду двухфазности.

Бинарные сплавы, выявляющие сверхпластичность, обычно состоят из элементов с близкими температурами плавления и близкими диффузионными характеристиками в обеих фазах. Сплавы Be—Al не соответствуют этим критериям. Однако, скорость самодиффузии в бериллии аномально высокая и очень близка к самодиффузии алюминия при любой температуре ниже точки плавления алюминия. Поэтому, вероятно, можно установить условия, при которых бериллиево-алюминиевые сплавы будут сверхпластичными.

Развитию эффектов сверхпластичности в алюминиевых сплавах препятствует невозможность сохранения мелкого зерна при повышенных температурах и низких скоростях деформации. Однако присутствие мелкодис-

персных частиц второй фазы на границах зерен может сдерживать рост зерна. Такие алюминиевые сплавы, как 7075 и 7185, имеющие частицы второй фазы, можно рассматривать как наиболее перспективные в этом отношении.

Способы сверхпластичного формоизменения

Сверхпластичность можно использовать во многих современных методах обработки металла. Одним из реализованных практических приложений сверхпластичности являются операции формоизменения листового материала, хотя преимущества сверхпластичных сплавов при деформации больших сечений очевидны. По-видимому, должны быть дополнительно развиты новые способы формоизменения для использования уникальных свойств сверхпластичного состояния сплавов.

Определенные способы вакуумного или вакуумно-газового прессования с механической подпрессовкой либо без нее легко применимы к вытяжке листа сверхпластичных металлов. Эти методы, развитые ранее при производстве пластмасс, не могут быть использованы в случае обычных металлов из-за высоких напряжений, требующихся для пластического течения. Чрезвычайно однородные удлинения и низкие напряжения течения в сверхпластичных сплавах позволяют успешно применять способы термопластического формоизменения пластмасс к металлическим материалам.

Некоторые общие способы формоизменения показаны на рис. 13. Окисление не играет существенной роли в формоизменении пластмасс, однако этот эффект необходимо учитывать при высокотемпературном формоизменении металлов. Использование вакуума или инертных газов дает определенные преимущества в отношении уменьшения или полного исключения окисления сверхпластичных сплавов.

Деформируемость сплавов при глубокой вытяжке или при формовке вытяжкой должна быть усилена в процессе нагружения в сверхпластичном состоянии. Кожуха, колпаки и конуса могут быть получены относительно легко со степенями вытяжки, превышающими обычные предельные значения. Большие равномерные удлинения и отсутствие шейки на деформируемой дета-

ли будут препятствовать утонению стенки кожуха в местах максимальных напряжений. При вытяжке заготовок в сверхпластичном состоянии повторные операции вытяжки и промежуточные отжиги могут быть исключены из технологического цикла и все операции осуществ-

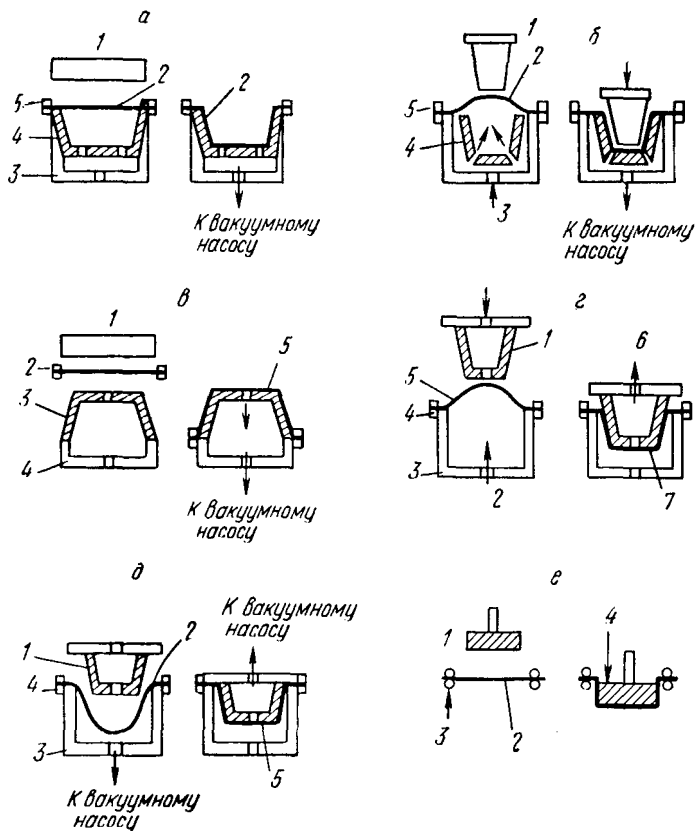


Рис. 13. Схемы способов вакуумно-газового термопластического формоизменения:

a — способ прямой вакуумной вытяжки; 1 — нагреватель; 2 — лист; 3 — рабочий стол; 4 — форма; 5 — зажим; *б* — формоизменение с волнообразным плунжером; 1 — плунжер; 2 — нагреваемый лист; 3 — подача воздуха для формоизменения листа; 4 — форма; 5 — зажим; *в* — фасонная гибка; 1 — нагреватель; 2 — зажим; 3 — форма; 4 — рабочий стол; 5 — лист; *г* — формоизменение с волнообразной обратной обжимкой; 1 — форма; 2 — подача воздуха для формоизменения листа; 3 — вакуумная камера; 4 — зажим; 5 — нагреваемый лист; *е* — вакуумная вытяжка с плунжером и скользящими кольцами; 1 — плунжер; 2 — нагреваемый лист; 3 — зажим со скользящими кольцами; 4 — плунжер опускается, скользящие кольца ослабляют зажим

вляются за один проход. Операции доводки ковкой для обеспечения равномерной толщины изделия можно также исключить.

Оригинальным способом формоизменения является бесфиллерное волочение, объединяющее нагружение только растягивающими усилиями с локализованным нагревом [20]. Этот уникальный метод волочения осно-

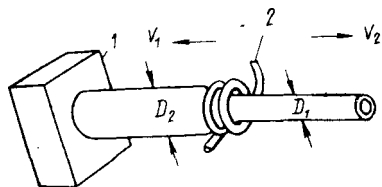


Рис. 14. Схема метода бесфиллерного волочения:

1 — фиксатор; 2 — индуктор

ван на сверхпластичном поведении материала и был предложен независимо друг от друга Вейсом [20] и Джонсоном [21]. Трубную заготовку (рис. 14) зажимают с одного торца, а другой — вытягивается с контролируемой скоростью v_2 . Индуктор нагревает локализованный участок трубы

до сверхпластичного состояния и перемещается со скоростью v_1 . Полученное обжатие определяется из простой формулы:

$$\left(\frac{D_1}{D_2}\right)^2 = \left[\frac{v_2}{v_1}\right] - 1.$$

За один проход были достигнуты обжатия до 50%. Многократные проходы позволяют получить большие суммарные обжатия. Указанная схема перспективна для случаев, когда необходимо сохранить осевую симметрию при обжатии заготовок. Конические формы получаются при условии, что одна скорость будет постоянной, а другая — переменной. Аналогичным способом листы или пластины можно прокатать до любого заданного размера, при этом для локального нагрева при деформировании может быть использовано контактное сопротивление в очаге деформации.

Кроме методов формоизменения металла, основанных на использовании сверхпластичности при приложении растягивающих напряжений, имеются потенциальные возможности использования методов формоизменения при сжатии. Прессовая ковка (штамповка) в сверхпластичном состоянии дает возможность значительно увеличить деформируемость заготовок и снизить стои-

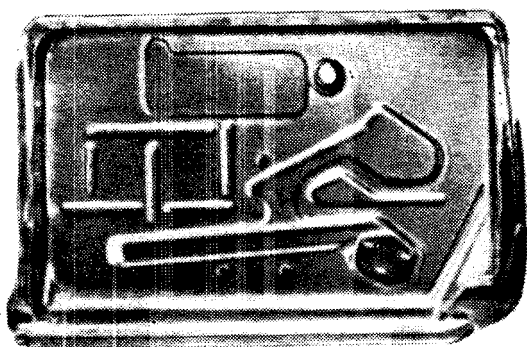
мость технологического процесса. Размеры пресса можно уменьшить или, наоборот, на существующих прессах могут быть прокованы заготовки большего сечения.

Повышенная способность к пластическому течению сверхпластичных сплавов позволяет получать лучшее заполнение металла в таких деталях, как фланцы и диски, и, таким образом, увеличить допустимую сложность конфигурации кованных деталей. Размеры получаемых при этом деталей более близки к чистовым размерам, а многократные операции штамповки могут быть исключены. Потери металла от механической обработки поковок будут снижены, в частности, это дает большую экономию в случаековки титановых сплавов. Так как заготовки в сверхпластичном состоянии деформируются под действием малых усилий, штампы могут быть изготовлены из менее прочных и более дешевых материалов. Однако, штамповый инструмент должен работать при этом в условиях продолжительных выдержек при повышенных температурах. В этом отношении перспективны никелевые сплавы и даже керамики.

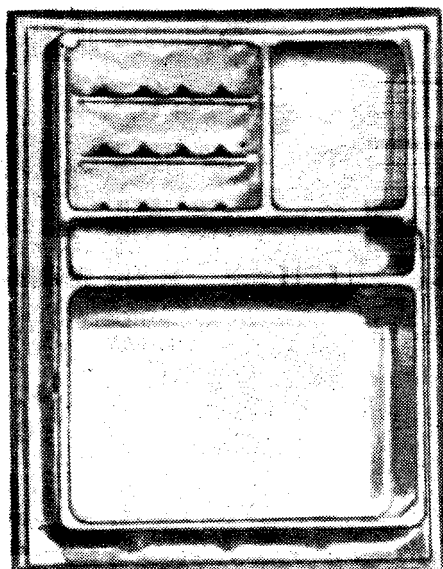
Сверхпластичные сплавы обладают теми же потенциальными преимуществами в случаеэкструзии, как и при прессовой ковке. К ним относятся меньшие размеры плунжера и входных углов, более низкая необходимая прочность инструмента и меньшая его стоимость, повышенная сложность получаемой формы и близость размеров деталей к чистовому размеру.

Перспективы применения эффектов сверхпластичности в промышленности

Вероятно, первые попытки применения сверхпластичности в производственных процессах будут сделаны в автомобильной промышленности. Компания «British Leyland Motor Corporation» использует эвтектоидный сплав Al—Zn, который получил марочное наименование «Престал», для панелей кузова автомобилей и других аналогичных деталей [22]. Панели, показанные на рис. 15, изготавливаются из листа методом вытяжки под действием низкого давления. Большинство производственных проблем, возникающих при сварке, пайке и окраске таких деталей, уже разрешено.



а



б

Рис. 15. Автомобильная дверца (а) и дверца холодильника (б), полученные штамповкой листа из сплава «Престал» (сверхпластичный эвтектоидный сплав Al—Zn)

Методы формоизменения, основанные на вытяжке под действием низкого давления (вакуума) либо давления газа, были использованы компанией «Lockheed Georgia» для производства экспериментальных сложных

ячеиных (сотовых) конструкций из листового сверхпластичного сплава. На рис. 16, а в качестве примера показана конструкция вафельного типа, полученная в результате вакуумной вытяжки в сверхпластичном состоянии. Ячеиные конфигурации получены соединением

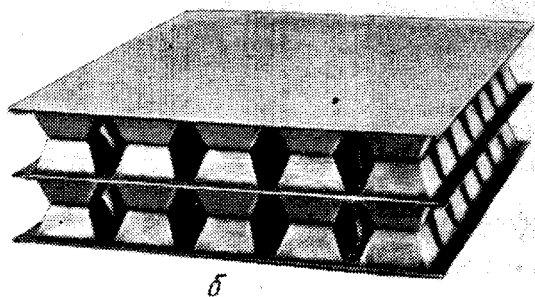
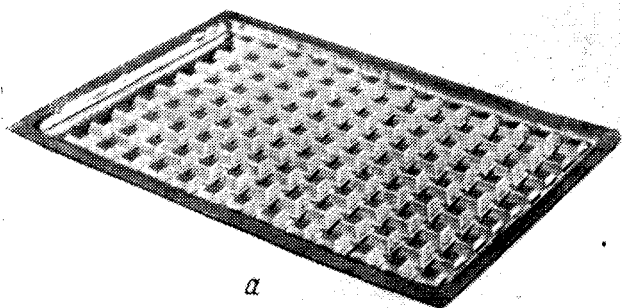


Рис. 16. Заготовка вафельного типа, полученная из листа сплава Al+78% Zn способом вакуумно-газового прессования (а), и металлическая ячеиная (сотовая) конструкция, полученная из заготовки вафельного типа

вафлеобразных слоев друг с другом и последующей облицовкой их листами (рис. 16, б). Очевидным преимуществом такой конфигурации над ячеистой структурой является то, что облицовочные листы прикрепляются по всей плоскости, а не к поверхностям по периметру. Такая конфигурация позволяет получать естественные каналы и исключить локальные водяные застои в теплообменниках типа радиаторов. Ячеиная геометрия может

быть оптимальной формой для целого ряда технических назначений, подобно сотовым конфигурациям из пластмассовых материалов [23].

Другим возможным применением сверхпластичности является изготовление из листа металлических ящичков для хранения инструмента. В настоящее время такие ящички изготавливают с помощью многочисленных операций штамповки. Использование сверхпластичных спла-

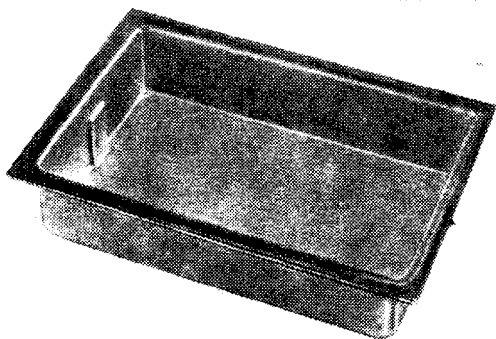


Рис. 17. Коробка из листа сплава $Al+78\% Zn$, полученная выдавливанием в сверхпластичном состоянии

вов при производстве ящичков для хранения инструмента методом газового выдавливания за одну операцию — экономически выгодно. Экспериментальная коробка, полученная посредством формоизменения в сверхпластичном состоянии при комбинированном действии вакуумного разрежения и атмосферного давления, показана на рис. 17.

Использование сверхпластичности позволяет повысить пределы деформируемости при глубокой вытяжке. На рис. 18 показаны результаты испытаний на выдавливание (высаживание) колпачков из листа сплава $Ti+6\% Al+4\% V$ [24]. Все колпачки деформировались с оптимальной для сверхпластичности скоростью деформации. Однако вытяжка колпачков *a* и *б* проводилась при температурах, не соответствующих сверхпластичному состоянию, тогда как колпачок *в* был получен выдавливанием при оптимальной для сверхпластичности тем-

пературе и наглядно иллюстрирует резко повышенную способность к вытяжке.

Пример правильного выбора температуры формоизменения при изготовлении панели авиационной перебор-

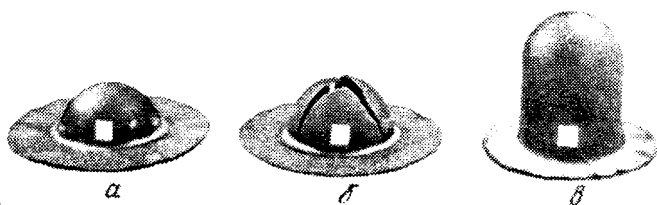


Рис. 18. Колпачки, полученные глубокой вытяжкой при 649°C (а, б) и 950°C (в) из листа сплава $\text{Ti}+6\% \text{Al}+4\% \text{V}$

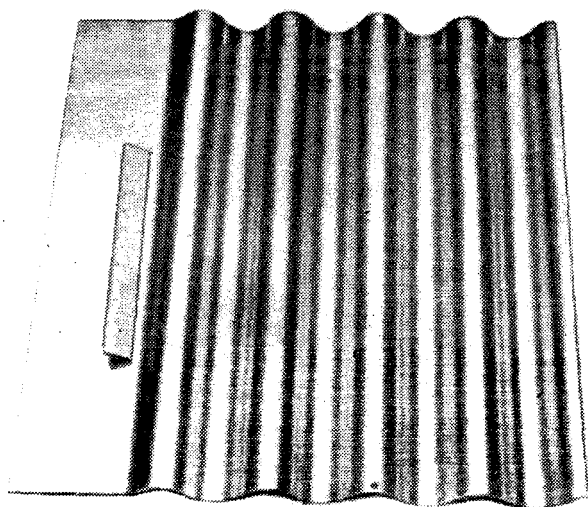


Рис. 19. Панель авиационной грузовой переборки из листа сплава $\text{Ti}+6\% \text{Al}+4\% \text{V}$, полученная обработкой при температуре, лежащей в пределах сверхпластичной области

ки синусоидального профиля из листа сплава $\text{Ti}+6\% \text{Al}+4\% \text{V}$ показан на рис. 19. При температуре формоизменения 565°C обычно наблюдается обратное пружинение листа. Однако панель была успешно изго-

товлена при повышении температуры обработки до 649°C . Скорость деформации при этом достаточно низкая, что позволило использовать эффекты сверхпластической деформации. На рис. 11 показана зависимость удлинения от температуры для данного сплава. Видно, что точка *A* (649°C) лежит на нижнем конце пика сверхпластического удлинения, а точка *B* ($565,5^{\circ}\text{C}$) находится

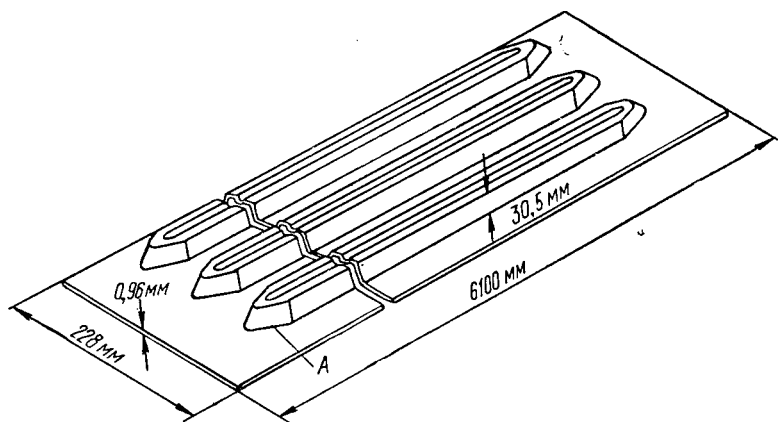


Рис. 20. Схематическое изображение панели авиационного крыла

вне температурного интервала сверхпластичности. Этот пример показывает, что не всегда следует использовать полный потенциал сверхпластичности сплава для достижения хорошей его деформируемости.

Обычные способы формоизменения не позволяют получать панель авиационных крыльев требуемой интегральной жесткости (рис. 20). Конструкция, обеспечивающая оптимальную жесткость, требует получения продольных буртиков высотой 30,5 мм из листа сплава $\text{Ti}+6\% \text{Al}+4\% \text{V}$ толщиной 0,96 мм. При обычных параметрах деформации сильные локальные утонения приводят к разрушению на кромках скругления (см. рис. 20 точка *A*). Обычными испытаниями на деформируемость при штамповке показано, что достаточная пластичность листового материала обеспечивается штамповкой при соблюдении параметров проявления сверхпластичности.

Отдел авиации фирмы «Pratt and Whitney» разработал процесс «высокой пластичности» дляковки деталей

реактивных двигателей. Этот способ объединяет преимущества сверхпластической деформации при ковке жаропрочных суперсплавов на никелевой основе, ковка которых обычно затруднена. При указанном процессе используют низкие напряжения течения для высокотемпературного сверхпластического деформирования. В ре-

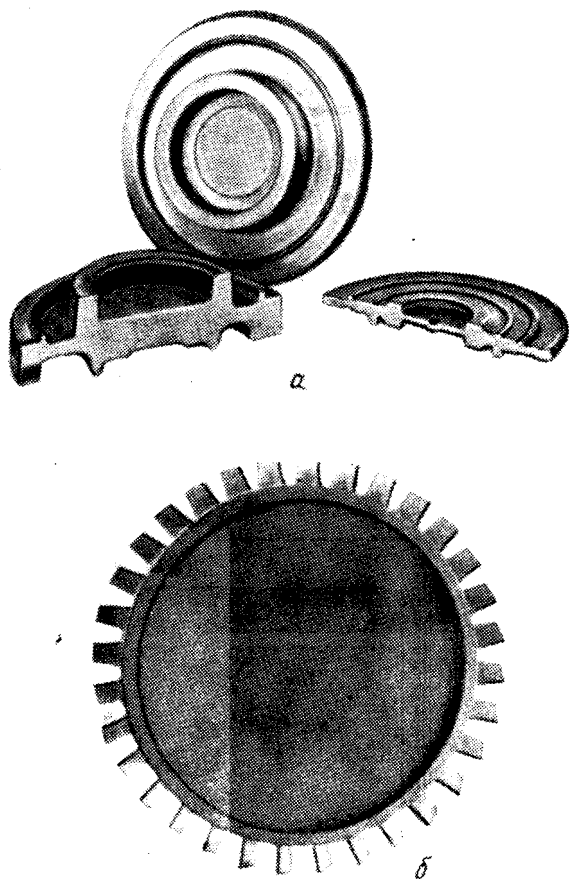


Рис. 21. Поковки, полученные с помощью Гэтораизинг-процесса:

a — турбинные диски из сплавов астроллой (слева), *IN-100* (в центре) и вaspаллой (справа); *b* — диск турбины сложной формы, изготовленный из сплава *IN-100*

зультате получают поковки с очень малыми допусками. Это позволяет уменьшить массу исходной заготовки и значительно уменьшить стоимость последней механической обработки. Можно использовать менее мощные ковочные молота, так как требуются значительно меньшие усилия при ковке. Поверхность многих поковок получается такого качества, что механическая обточка исключается. Кроме того, получаемые поковки имеют од-

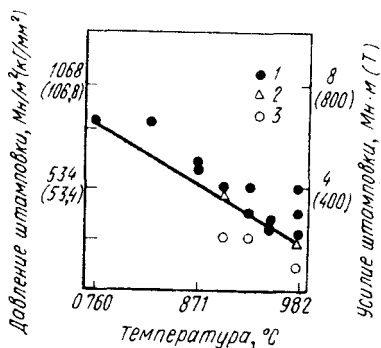


Рис. 22. Соотношение между температурой, давлением при горячей штамповке и заполнением полости штампа для сплава Ti+6% Al+6% V+2% Sn, подвергнутого изотермической штамповке (штампы из сплава инконель изготовлены точным литьем):

1 — полость штампа заполнена полностью; 2 — полость штампа заполнена неполностью; 3 — полость штампа незаполнена

нородные механические свойства. К сплавам, которые могут коваться по технологии процесса «высокой пластичности», относятся сплавы IN-100, INCO-901, А-286, астролой, В-1900, веспаллой. Примеры, демонстрирующие сложность формы поковок, которые можно получать этим способом, показаны на рис. 21.

Положительные результаты, полученные недавно на прецизионных отливках кузнечных штампов из сплава инконель [25], позволяют считать этот материал перспективным для кузнечных штампов при ковке титановых сплавов в сверхпластичном состоянии. Штампы из никелевых сплавов сохраняют достаточную прочность в условиях продолжительной работы при повышенных температурах, что позволяет осуществлять изотермическую штамповку титановых сплавов в температурной области сверхпластичности. При этом допустимы более низкие скорости деформации по сравнению с обычной штамповкой, снижаются усилия при штамповке и достигается лучшее заполнение полостей прессформы без подготовительных операций. На рис. 22 приведены данные, свидетельствующие о повышенной способности заполнения

полостей прессформы с понижением давлений при горячей штамповке и повышением температуры штамповки до параметров области сверхпластичности.

Приложение

Металлографический метод измерения размера зерен и площади поверхности границ зерен на единицу объема [26]

При изучении структуры сверхпластичных сплавов используют преимущественно метод секущих, который будет рассмотрен при изложении методических особенностей измерения размера зерна. В данном случае следует выделить три основных типа микроструктур.

1. Объемная система зерен только одной фазы (α);
2. Двухфазная система частиц или зерен (α), расположенных в матрице (β), в которой частицы не соприкасаются друг с другом;
3. Двухфазная система частиц или зерен (α), расположенных в матрице (β), в которой некоторые частицы соприкасаются друг с другом ($\alpha-\alpha$).

Для 1-го случая подходящим уравнением для определения средней длины секущей \bar{L} является:

$$\bar{L} = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L}, \quad (1)$$

где N_L — число пересечений зерен на единицу длины произвольно проведенной линии;

P_L — число пересечений контуров границ зерен на единицу длины этой линии.

Отметим, что для 1-го случая

$$N_L = P_L.$$

Для 2-го случая, когда зерна, частицы или субграницы (α) разделены, имеем

$$\bar{L} = \frac{(V_v)_\alpha}{N_L} = \frac{2(V_v)_\alpha}{P_L}, \quad (2)$$

где $(V_v)_\alpha$ — объемная доля выбранных зерен.

Это значение часто получается подсчетом точек, т. е. $(P_p)_\alpha = (V_v)_\alpha$. Так как зерна разделены, $N_L = P_L/2$.

Для 3-го случая, в котором некоторые α -зерна соприкасаются друг с другом, можно записать

$$\bar{L} = \frac{2(V_v)_{\alpha}}{[(P_L)_{\alpha\beta} + 2(P_L)_{\alpha\alpha}]}, \quad (3)$$

где индексы $\alpha\beta$ и $\alpha\alpha$ относятся к поверхности раздела между α и β зернами и α и α зернами, соответственно.

Эти значения подсчитывают одновременно вдоль тех же произвольно проведенных линий, но подсчет при этом проводят раздельно. Отметим, что уравнение (3) упрощается и сводится к уравнению (2) при отсутствии α - α -границ, т. е. когда зерна не соприкасаются.

Весьма общим уравнением для определения площади поверхности на единицу объема является уравнение

$$S_v = 2P_L, \quad (4)$$

где S_v — площадь поверхности зерен, частиц или субзерен на единицу объема сплава;

P_L — число пересечений (выбранной границы раздела) на единицу длины произвольно проведенной линии.

Очевидно, что \bar{L} является величиной, обратной S_v . Точные соотношения получаются из уравнения (1) через уравнение (4).

Список литературы

1. Underwood E. E. a. o. Mechanism of Superplasticity in Al+78% Zn Alloys, Interim Report to ONR, June 30, 1968.
2. Cline H. E., Lee D. Acta Met., 1970, v. 18, p. 315.
3. Alden T. H. Acta Met., 1967, v. 15, p. 469.
4. Chaudhari P. Science and Technology, September 1968, p. 42.
5. Gifkins R. C. J. Inst. Metals, 1967, v. 95, p. 373.
6. Stevens R. N. Met. Rev., 1966, v. 11, p. 129.
7. Gifkins R. C. J. Am. Ceramic Soc., 1968, v. 51, p. 69.
8. Alden T. H. J. Austr. Inst. Metals, 1969, v. 14, p. 207.
9. Ishida Y., Brown M. H. Acta Met., 1967, v. 15, p. 857.
10. Alden T. H. Trans. ASM, 1968, v. 61, p. 559.
11. Lee E. U., Underwood E. E. Met. Trans., 1970, v. 1, p. 1399.
12. Li J. C. M. Recovery and Recrystallization of Metals, ed. by Himmel, L., Interscience, 1963, p. 160.
13. Westbrook J. H. Ceramic Microstructures, ed. by Fulrath R. M., Pask J. A., John Wiley and Sons, 1968, p. 231.
14. Cline H. E., Alden T. H. Trans. AIME, 1967, v. 239, p. 710.
15. Holt D. L. Trans. AIME, 1968, v. 242, p. 25.
16. Ball A., Hutchison M. M. J. Met. Sci., 1969, p. 25.

17. Lee D. Met. Trans., 1970, v. 1, p. 309.
18. Packer C. M. a. o. Trans. AIME, 1968, v. 242, p. 2485.
19. Lee D., Backofen W. A. Trans. AIME, 1967, v. 239, p. 1034.
20. 7th Status Report of the U. S. Government Metalworking Processes and Equipment Program, DMIC Report 237, June 1967.
21. Johnson R. Superplastic Metals, Design Engineering, March 1969.
22. Metallurgia, 1968, v. 78, p. 247.
23. Mat. Eng., 1966, v. 73, No. 3.
24. Lockheed-Georgia Manufacturing Research Investigation, Rep. No 1349.00 7 March 1966.
25. Watmough T. a. o. Second Air Force Metalworking Technology Conf., Las Vegas, Nevada, February 1969.
26. Underwood E. E. Quantitative Stereology, Addison—Wesley, 1970.

УДК 669.017 : 221.7 : 539.374

Д. Л. ХОЛТ

ФОРМИРОВАНИЕ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ЛИСТОВ СВЕРХПЛАСТИЧНЫХ МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ СПЛАВОВ

На рис. 1 показаны гильза, полученная обратным прессованием, и узорчатый сосуд, изготовленный из нее за одну операцию методом газовой вытяжки под действием сжатого воздуха давлением $2,1 \text{ Мн/м}^2$ (21 атм) [1]. Материалом гильзы являлся сплав 78% Zn+22% Al с размером зерна примерно 0,5 мкм. Использование такой технологии стало возможным, благодаря сверхпластичным свойствам этого сплава со сверхмелким зерном. В статье рассмотрено применение сплавов со сверхмелкозернистой структурой, обладающих сверхпластичными свойствами, в технологии указанного типа.

Интерес к явлению сверхпластичности непрерывно растет (рис. 2). Однако в США до 1962 года не было опубликовано ни одной работы по данному вопросу. Исследования проводились лишь в Англии, ГДР и СССР. Впервые явление, которое теперь называют «сверхпластичностью», наблюдал в 1934 году в Англии Пирсон [2]*. Он обнаружил, что эвтектический сплав Bi—Sn с мелкозернистой структурой может вытягиваться при испытаниях на растяжение до необычно высоких значений удлинения (2000%). В то

* Если под сверхпластичностью понимать только рекордные значения удлинения. Большинство советских и некоторые зарубежные исследователи (Андервуд [5]) считают, что явление сверхпластичности было открыто в Советском Союзе академиком А. А. Бочваром и Э. А. Свицкерской [4]. Они же впервые ввели сам термин «сверхпластичность». *Прим. перев.*



Рис. 1. Сосуд, изготовленный из гильзы сплава 78% Zn+22% Al с помощью газового давления в 21 атм при 265° С [1]

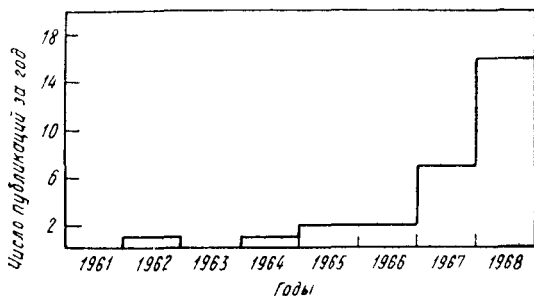


Рис. 2. Публикации по «сверхпластичности» за период 1961—1968 гг.

время казалось, что работа Пирсона не найдет никаких технологических приложений. Столь необычное явление в то время рассматривалось лишь в качестве доказательства гипотезы аморфности металлов. Позднее, в 1945 г., Зауэрвальд в ГДР сообщил о высокой пластичности при растяжении ряда сплавов Al—Zn [3] и запатен-

товал несколько составов таких сплавов. В это же время или, возможно, несколько ранее советские исследователи Бочвар и Сви́дерская [4] также отметили способность сплавов Al—Zn значительно удлиняться при растяжении. Их работа и работы других советских исследователей были изложены Андервудом в его обзоре [5]. В 1964 г. в США появилась первая оригинальная работа по этому вопросу [6]. В ней Бэкофен, Тэрнер и Эвери подтвердили свое предположение о том, что необычная способность сверхпластичных сплавов вытягиваться при растяжении является следствием высокой чувствительности напряжения течения этих сплавов к скорости деформации. Их статья явилась основанием для новых исследований в этой области, в результате которых выяснилась возможность практического использования явления сверхпластичности в технологических операциях, подобных операции изготовления сосуда, показанного на рис. 1.

В статье рассмотрена сущность явления сверхпластичности, дан обзор последних экспериментов, выполненных Томсенom, Холтом и Бэкофеном [1] по технологии формоизменения материалов в сверхпластичном состоянии.

Два характерных признака сверхпластичности делают особенно целесообразным использование этого явления при обработке металлов давлением. Первый из них заключается в способности сверхпластичных сплавов значительно удлиняться при растяжении, второй — в их способности течь под действием низкого постоянного напряжения, без деформационного упрочнения. Бэкофен [1] при изучении деформационной способности сплавов установил, что значительные удлинения при сверхпластической деформации обусловлены упрочнением, чувствительным к скорости деформации.

Упрочнение, чувствительное к скорости деформации

Термин «упрочнение, чувствительное к скорости деформации» означает зависимость напряжения течения материала от скорости его деформирования. Действительно, напряжение течения сплава, деформирующегося сверхпластично, сильно зависит от скорости и слабо — от степени деформации. Зависимость эта обычно выражается уравнением:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m, \quad (1)$$

где σ — напряжение течения;
 $\dot{\epsilon}$ — логарифмическая скорость деформации;

K и m — параметры материала.

Параметр m называется показателем чувствительности напряжения течения к скорости деформации. Существует другое, но эквивалентное получаемому из уравнения (1), определение параметра m :

$$m = \frac{\partial \log \sigma}{\partial \log \dot{\epsilon}}. \quad (2)$$

Материал, значение m которого равно единице, называется ньютоновязким. Для сверхпластичных сплавов значения показателя m находятся в пределах от 1 до 0,3, тогда как для обычных металлов эти значения, как правило, не превышают 0,3.

Согласно Бэкофену и др. [1], уравнение (1) может быть использовано в качестве основы при объяснении способности сверхпластичных сплавов значительно удлиняться при растяжении. Рассмотрим локальное сечение неравномерно растягивающегося образца. Пусть A — площадь поперечного сечения образца, а F — приложенное к нему растягивающее усилие.

Тогда

$$\sigma = \frac{F}{A} \text{ и } \dot{\epsilon} = -\frac{1}{A} \frac{dA}{dt}. \quad (3)$$

Подставляя в уравнение (1) и преобразуя, получим:

$$\frac{dA}{dt} = -\left(\frac{F}{A}\right)^{1/m} \cdot A^{1-1/m}. \quad (4)$$

Из равенства (4) следует, что площадь каждого поперечного сечения растягиваемого образца уменьшается со скоростью, пропорциональной множителю $A^{1-1/m}$, который является обратной функцией A при $m < 1$ и не зависит от A при $m = 1$. К тому же, множитель $A^{1-1/m}$ становится все более слабой функцией A по мере увеличения значений показателя m . Таким образом, при значениях $m \ll 1$ поперечное сечение малой площади уменьшается быстрее сечения большей площади, тогда как при больших значениях показателя m этот эффект значительно слабее. Следовательно, при высоких значениях показателя m сопротивление материала возникновению шейки возрастает и становятся возможными большие удлинения.

Это доказательство может быть более строгим, если проинтегрировать уравнение (4) при начальном условии, что поперечное сечение разрывного образца равномерно по всей длине, кроме одного сечения с отклонением от равномерности, выражаемом параметром δ и равном приблизительно единице, и при конечном условии, что разрушение образца происходит посредством разрыва в сечении с наименьшей площадью. В результате получим:

$$\epsilon_m - \epsilon_0 = (1 - \delta^{1/m})^{-m} - 1. \quad (5)$$

где ϵ_m — суммарная деформация;
 ϵ_0 — деформация при $m=0$.

Подобное же выражение было получено Эвери и Стюартом [7]. На рис. 3 в координатах «удлинение — показатель m » представлен график уравнения (5) при $\epsilon_0 = 0,4$ и $\delta = 0,99$ в сравнении с экспериментальными дан-

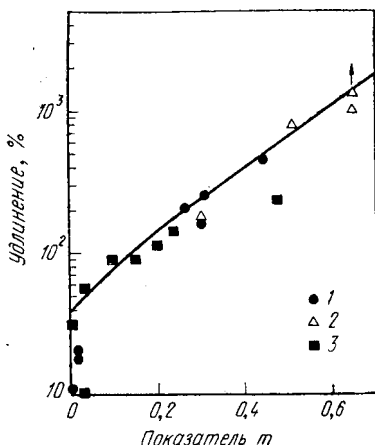
Рис. 3. Зависимость удлинения от величины показателя m

$$\left[\epsilon_m - 0,4 = \left(1 - 0,99^{\frac{1}{m}} \right)^{-m} - 1 \right] [8]:$$

1 — Ti + 5% Al + 2,5% Sn;

2 — Ti + 6% Al + 4% V;

3 — циркаллоу - 4



ными, взятыми из работы Ли и Бэкофена [8]. Ясно видна сильная зависимость удлинения от величины показателя m . Отметим, что удлинение в 200% и выше возможно при значениях $m \geq 0,3$.

Микроструктура

Чтобы практически использовать такие высокие удлинения, необходимо понимать и контролировать условия, при которых они достигаются. При континуальном, феноменологическом рассмотрении процесса деформации выявляется связь удлинения с показателем m , который, в свою очередь, связан с микроструктурой и изменениями температуры и скорости деформации посредством соотношений «структура—свойства». Далее рассмотрен характер этой связи.

Для понимания явления сверхпластичности важен и полезен ретроспективный взгляд на него, однако структурные соотношения значительно легче установить при более детальном рассмотрении.

Показатель m сверхпластичных сплавов имеет высокие значения, хотя и меньшие, чем у ньютоновязких материалов, но иногда приближающиеся к ним, и этот важный факт указывает на то, что на микроскопическом уровне должен действовать механизм деформации, близкий к ньютоновскому течению. В литературе рассмотрены такие возможные процессы: скольжение по границам зерен [9, 10], дислокационный сдвиг [11, 12] и диффу-



Рис. 4. Микроструктура сплава Mg+6% Zn+0,5% Zr после 100%-ной деформации растяжением при 450°С с начальной скоростью $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ мин}^{-1}$. Ось растяжения направлена вертикально [15]

зионное течение [13—15]. Не вступая здесь в дискуссию о том, какой именно вязкий процесс имеет место в действительности, отметим, однако, что большинство экспериментальных результатов можно вполне удовлетворительно объяснить на основе модели диффузионного течения, которой мы и будем придерживаться.

Более того, имеется значительное количество доказательств справедливости идеи диффузионного течения. Свидетельством этого служит фотография на рис. 4, взятая из работы [15]. На рис. 4 показаны характерные особенности процесса диффузионного течения. Наводороженные образцы сплава Mg+6% Zn+0,5% Zr растягивали со скоростью $2 \cdot 10^{-3} \text{ мин}^{-1}$ при 450°С. Атомы магния при этом мигрировали от границ зерен, ориентированных перпендикулярно оси растяжения к границам,

располагавшимся вдоль направления растяжения. Такое направленное перемещение атомов магния приводит к образованию зон, свободных от выделений, и обеспечивает приращение образца в направлении растяжения. Выделения гидридов в этом сплаве играли роль металлографических индикаторов диффузионного течения.

Вязкость поликристаллического тела, процесс деформации которого контролируется механизмом диффузионного течения, определяется следующим образом:

$$\eta \approx \frac{L^2}{D} \text{ или } \eta \sim \frac{L^3}{D_r} \quad (6)$$

Первое выражение характеризует вязкость материала, в котором перенос атомов осуществляется сквозь матрицу (механизм Набарро—Херринга) [16, 17], второе — когда перенос атомов происходит по границам зерен (механизм Кобла) [18]. Процесс диффузионного течения можно представить модельно в виде некоторого амортизатора (рис. 5, а). В этом случае зависимость $\log \sigma \approx \approx f(\log \epsilon)$ является линейной, с коэффициентом пропорциональности K и параметром m , равными единице. Из уравнений (6) следует, что для проявления сверхпластичности необходимо мелкое зерно и высокая температура, поскольку они уменьшают вязкость и сдвигают кривую $\log \sigma \approx f(\log \epsilon)$ в сторону больших скоростей деформации.

Показатель m реальных сплавов не равен единице, поэтому диффузионное течение не может быть единственным механизмом, контролирующим процесс сверхпластической деформации. Из геометрических соображений ясно, что при деформации поликристаллического материала диффузионное течение должно сопровождаться скольжением по границам зерен [19], поэтому сопротивление скольжению по границам должно действовать параллельно с диффузионным течением. Модель такого процесса представлена на рис. 6, б; добавлен элемент с низкой чувствительностью к скорости деформации, например, с $m=0,2$. Теперь кривая выгнута вверх и показатель m возрастает с увеличением скорости деформации. Элемент с низкой чувствительностью напряжения к скорости деформации, действующий параллельно с амортизатором, преобразует ньютоновское вязкое поведение материала в поведение типа Бингхэма [20].

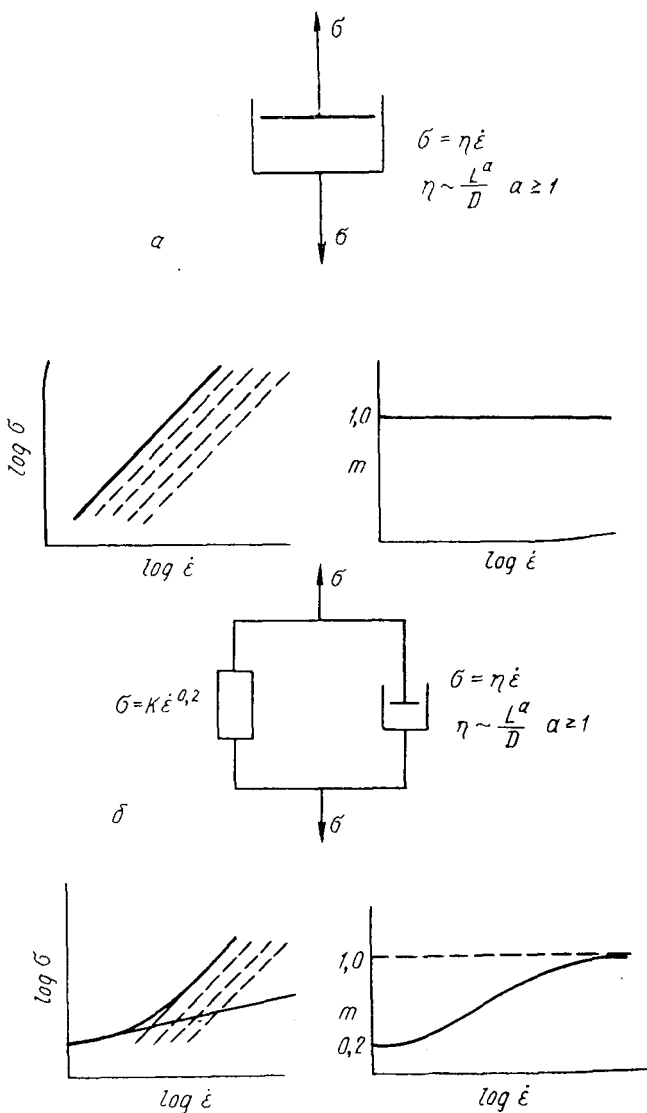
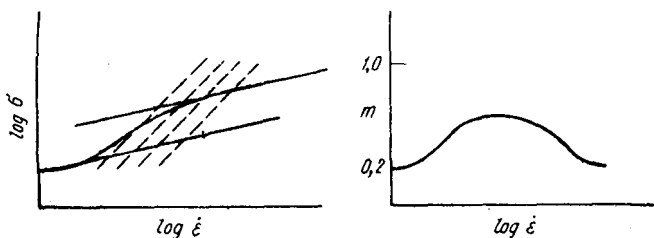
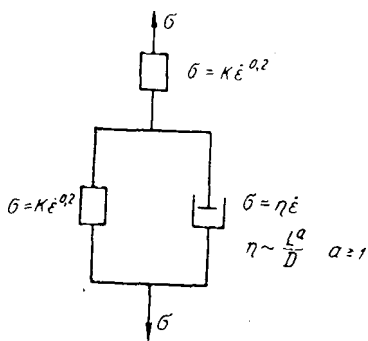


Рис. 5. Модельные представления сверхпластического
 а — вязкий амортизатор; б — вязкий амортизатор, работающий
 $m=0,2$; в — модель б, дополненная элементом также с низким
 стичному поведению

Наконец, модель процесса сверхпластической деформации можно дополнить последовательным включением сдвигового механизма также с низким значением показателя m (например, с $m=0,2$), который снижал бы значения показателя m составной модели при высоких скоростях деформации. В результате функция $\log \sigma \approx \approx f(\log \dot{\epsilon})$ становится сигмоидальной, а кривая $m \approx \approx f(\dot{\epsilon})$ приобретает максимум при некоторых промежуточных скоростях деформации (рис. 5, в). С уменьшением размера зерна вся кривая $\log \sigma \approx f(\log \dot{\epsilon})$ и максимум функции $m \approx f(\dot{\epsilon})$ смещаются в сторону больших скоростей (пунктирные линии). На рис. 6 и 7 сравниваются экспериментальные кривые $\log \sigma \approx f(\log \dot{\epsilon})$ и $m \approx f(\dot{\epsilon})$ для образцов сплава 78% Zn+22% Al с разной величиной зерна, получающейся при отжигах различной продолжительности.



течения:

параллельно с элементом с низким значением показателя значения показателя m ($m=0,2$) соответствует сверхпла-

Таким образом, при микроструктурном анализе выявляются пять практически важных моментов:

1. Величина показателя m понижается при превышении скорости деформации некоторого определенного зна-

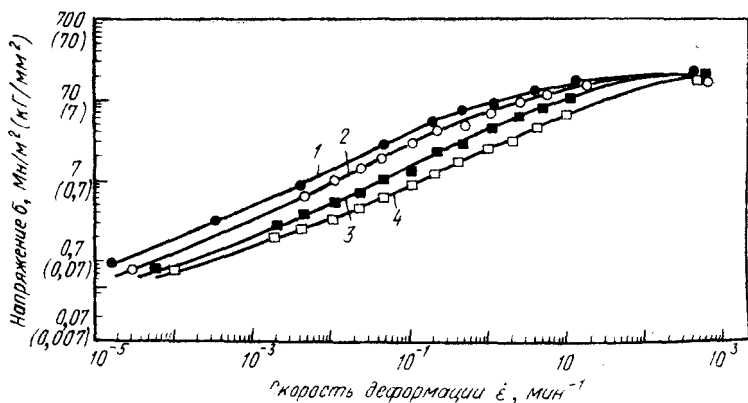


Рис. 6. Зависимость напряжения течения σ от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ для эвтектоидного сплава Zn—Al при 250° С. Размер зерна L , мкм:

1 — 1,8; 2 — 1,1; 3 — 0,8; 4 — 0,5

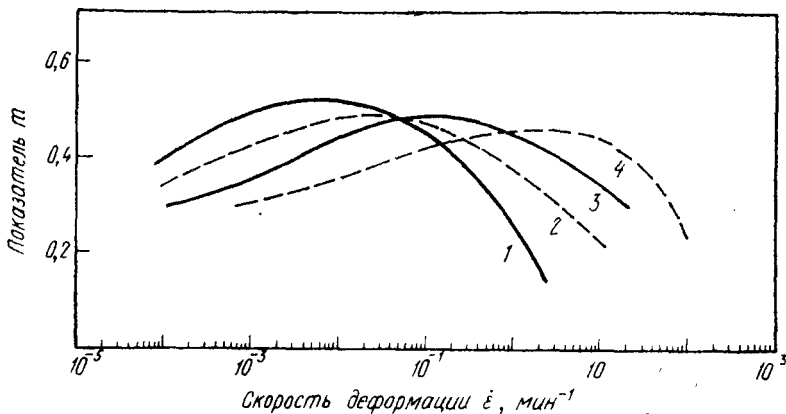


Рис. 7. Зависимость показателя m от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ для эвтектоидного сплава Al—Zn при 250° С. Каждая кривая соответствует сплаву с определенным значением величины зерна (обозначения см. на рис. 6)

чения, при этом сплавы становятся уже не сверхпластичными.

2. С уменьшением размера зерна этот порог смещается в сторону больших скоростей деформации.

3. Для реализации высоких значений показателя m сопротивление скольжению по границам зерен должно быть низким, в противном случае эффект Бингхэма будет маскировать процесс, подчиняющийся закону Ньютона.

4. Температура деформации должна быть как можно более высокой. Это требование зачастую противоречит пункту 2.

5. Факторы, отмеченные в пунктах 1—4, приводят к повышению либо показателя m , либо скорости деформации, при которой достигается его максимальное значение и в итоге снижают напряжение течения сплавов.

Требования, предъявляемые к микроструктуре сплавов

На основании изложенного можем сформулировать требования к микроструктуре сплавов со сверхпластичными свойствами. Прежде всего они должны быть чрезвычайно мелкозернистыми и способными сохранять такую структуру при высоких температурах. Во-вторых, такие сплавы должны быть многофазными — в этом случае стабильность размера зерна обеспечивается относительно низкой подвижностью межфазных границ.

Все сверхпластичные сплавы можно разделить на три группы:

I группа — эвтектические и эвтектоидные сплавы (Al—Zn, Al—Cu);

II группа — порошковые материалы (MgZK-60);

III группа — сплавы с термомеханической обработкой (Fe—Ni—Cr; сталь 1340; Sn+5% Bi).

Сплавы первого типа обладают тонкой структурой непосредственно в результате фазового превращения. Характерным примером таких сплавов может служить эвтектоидный сплав Al—Zn: закалка из однофазной области (с температур выше 275° C) дает равноосную двухфазную структуру с величиной зерна приблизительно 0,5 мкм (рис. 8). Однако структура эвтектических и эвтектоидных сплавов в литом состоянии или после фазового превращения обычно не равноосна и потому они не сверхпластичны. Так, литые эвтектики Al—Cu и Pb—Sn не сверхпластичны [9, 22], а после горячей деформации, разбивающей пластинчатость и создающей тонкую равноосную структуру, сплавы становятся таки-

ми. Холт и Бэкофен [9, 23] объясняют отсутствие сверхпластичности у сплавов с литой или пластинчатой структурой высоким сопротивлением скольжению по границам зерен.

Сплавы второго типа (см. табл. 1), получаемые методом порошковой металлургии, могут оказаться совер-

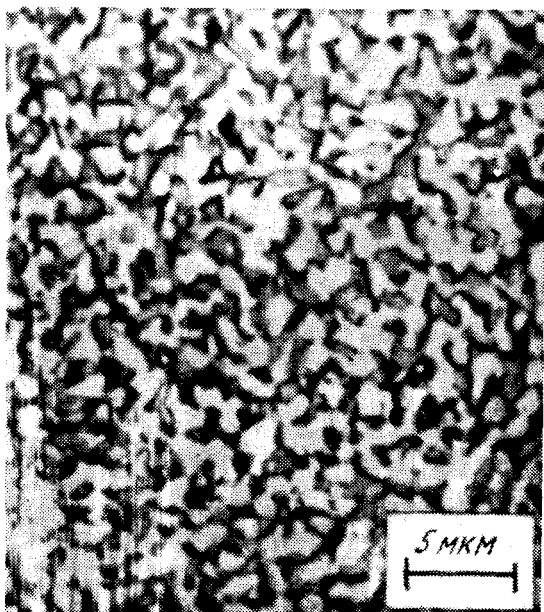


Рис. 8. Микроструктура эвтектидного сплава Al—Zn, закаленного с 375°C и отожженного при 250°C в течение 15 мин. Среднее расстояние L между границами зерна составляет 0,5 мкм

шенно жесткими из-за высокого сопротивления скольжению по границам. Рейни [24], например, установил, что порошковый сплав $\text{Mg}+0,7\% \text{Zr}$ с величиной зерна 2,8 мкм при температуре испытания 270°C оказался не сверхпластичным; показатель m был меньше 0,2. С другой стороны, показатель m порошкового сплава $\text{Mg}+6\% \text{Zn}+0,5\% \text{Zr}$ с размером зерна 5 мкм при 270°C достигал значения 0,47. По-видимому, частицы окислов блокируют границы зерен порошковых сплавов и обуславливают тем самым высокое сопротивление сколь-

жению по таким границам, но с другой стороны эти частицы способствуют стабилизации размера зерна.

Разработка новых сплавов со сверхпластичными свойствами требует слишком больших усилий и много времени, поэтому необходимо прежде всего тщательно исследовать известные сплавы с такими свойствами. В таблице представлен достаточно широкий, но не полный перечень таких сплавов — сюда не включены, например, легкоплавкие сплавы, такие как эвтектический сплав Pb—Sn.

Некоторые сплавы со сверхпластичными свойствами

Сплав	Температура испытания, °С	Отношение $T/T_{пл}$	Размер зерна, мкм	Верхний предел скорости деформации при $m = 0,3$ $\dot{\epsilon}$, мин ⁻¹
78% Zn+22% Al	250	0,7	0,5	50
67% Al+33% Cu	520	0,9	1,7	~4
MgZK-60	230	0,6	3,0	~3
Ti+6% Al+4% V	900	0,65	6,0	0,6
Ti+5% Al+2,5% Sn	1000	0,7	18,0	0,06
Ni+39 Cr+10% Fe	980	—	1÷3	5
Сталь 1340	~730	0,55	1,4	0,05
Fe+0,15% C+1,3% Mn	~900	0,64	4	0,08

В последнем столбце этой таблицы дано значение скорости деформации сплавов, при которой показатель $m=0,3$ и выше которой он становится меньше 0,3. Сделано это для того, чтобы отметить, что определяющим, практически важным фактором сверхпластического формоизменения является скорость деформации. При значениях $m=0,3$ можно ожидать удлинения в 200% (рис. 3), поэтому значения скоростей деформации, приведенные в таблице, есть значения, при превышении которых достигаемые удлинения будут $<200\%$ и эти скорости следует рассматривать как верхний предел скорости процесса обработки листового материала, при котором используются его сверхпластичные свойства. Следовательно, скорость, с которой можно вести формирование изделий из листового материала, ограничена определенными пределами. В качестве примера рассмотрим сосуд, изображенный на рис. 1. Степень деформации в месте наибольшего диаметра составляет 160%. Сосуд

получен из сплава 78% Zn+22% Al, поэтому (см. табл.) максимальная скорость деформации, которую можно использовать в этом случае, равна приблизительно 50 мин^{-1} ; следовательно минимальное время формоизменения составит $1,6/50 \approx 0,03 \text{ мин}$, т. е. за 1 мин можно получить около 30 изделий. Как видно из таблицы, скорость формоизменения других сплавов должна быть соответственно меньше.

Формирование изделий

В рассматриваемой технологии кроме пластичности и скорости деформирования важны и другие моменты: равномерность толщины стенки изделия и точность его

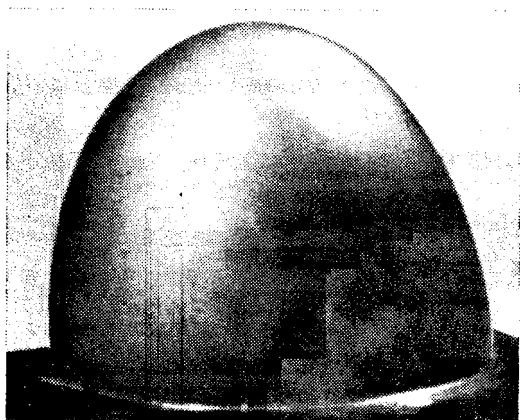


Рис. 9. Полусфера, полученная из листа сплава 78% Zn+22% Al давлением воздуха при 265°C

профиля. Для оценки этих факторов рассмотрим несколько экспериментов, выполненных Томсенем, Холтом и Бэкофеном [1].

В одной из серий экспериментов из листа сплава 78% Zn+22% Al при различных температурах и, следовательно, разных значениях показателя m , давлением воздуха выпрессовывалась полусфера (рис. 9). Напряженное состояние поверхности листа при такой деформации лежит между сбалансированным двухосным и плосконапряженным, так что локальное утонение не

вызывало опасений. Тем не менее, из-за самой геометрии изделия лист утоняется неравномерно: уменьшение толщины максимально в вершине и равно нулю в месте закрепления. Именно на эту неравномерность следует

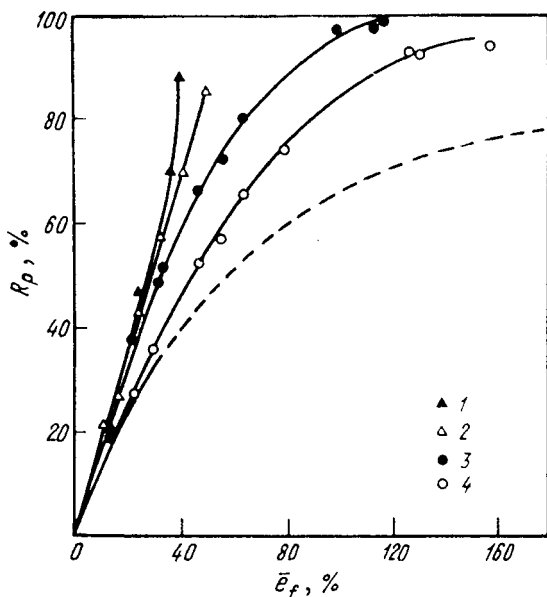


Рис. 10. Зависимость уменьшения толщины листа в вершине сферы R_p от степени деформации вдоль меридиана $\bar{\epsilon}_f$. Значения m взяты из работы [1]

Обозначение	Сплав	t °C	m
1	Al—Zn	75	0,23
2	Al—Zn	150	0,31
3	Al—Zn	270	0,41
4	Pb—Sn	170	0,57

обращать серьезное внимание при технологических операциях рассматриваемого типа. Данные, приведенные на рис. 10, иллюстрируют влияние величины показателя m на степень этой неравномерности. На этом рисунке уменьшение толщины сферы на полюсе представлено в зависимости от степени деформации вдоль меридиана.

Можно видеть, что повышение значения m способствует более равномерному утонению листа. Холт [25] разработал математический аппарат, позволяющий заранее рассчитать распределение толщины листа в каждой точке изделия. При изготовлении изделий часто встречающихся форм увеличение показателя m будет, вероятно, также способствовать достижению большей равномерности толщины стенок изделия.

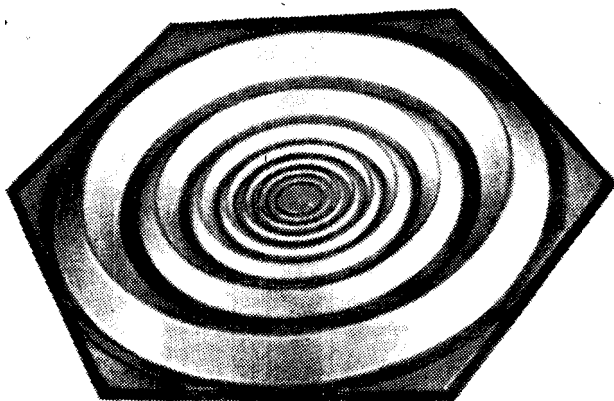


Рис. 11. Изделие с кольцевыми желобами, изготовленное из листа сплава 78% Zn+22% Al газовым прессованием [1]

Для быстрого воспроизведения деталей формы или рельефа изделия в технологических операциях с использованием сжатого воздуха требуются давления, превышающие давление общего формирования изделия. Обусловлено это преимущественно необходимостью воспроизведения деталей рельефа, имеющих малый радиус кривизны.

В другой серии экспериментов Томсена и др. [1] давление воздуха действовало с одной стороны закрепленного листа сплава 78% Zn+22% Al и под его действием металл заполнял V-образные, с углом в 90° , желоба матрицы (рис. 11). Радиус листа в каждом желобе является функцией давления, времени и толщины листа. Данные, приведенные на рис. 12, дают представление о давлениях и интервале толщин листа, необходимых для получения радиусов определенной кривизны в одном

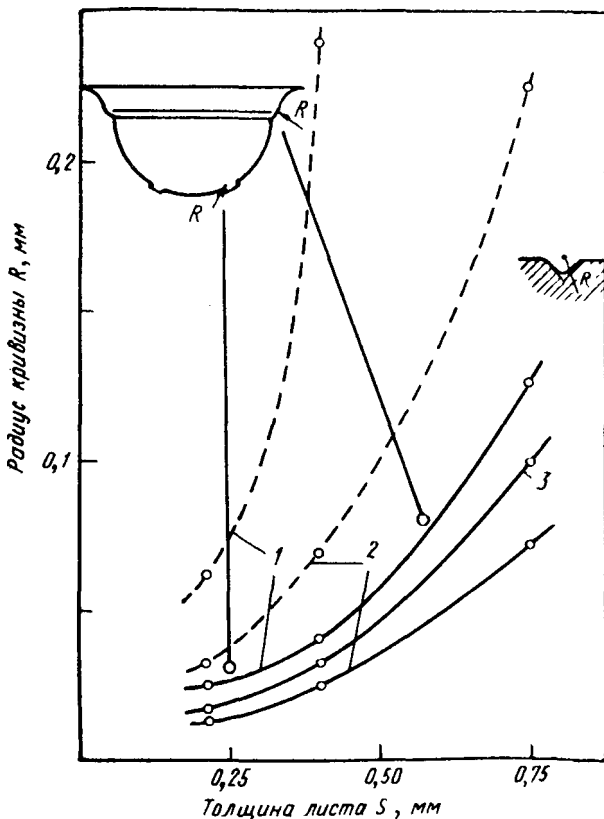


Рис. 12. Значение радиуса кривизны гребня изделия, достигаемое в одном из желобов матрицы в зависимости от толщины листа при 265° С. Время, сек:

1 — 5; 2 — 60; 3 — 10. Сплошные линии — давление 2,1 Мн/м² (21 атм); пунктирные — 0,7 Мн/м² (7 атм)

желобе. Более подробные результаты и их анализ можно найти в работах [1, 25]. При детализации формы изделия важным свойством материала является низкое напряжение течения сверхпластичного сплава.

Заключение

В большинстве случаев для получения готового изделия необходимо его общее формование, а также де-

тализация формы. И то и другое может быть выполнено за один прием, но при двух значениях давления: низком — для общего формоизменения и высоком — для дегализации формы изделия. Томсен, Холт и Бэкофен показали, что время изготовления изделий типа сосуда, представленного на рис. 1, при умеренных [$< 3,5 \text{ Мн/м}^2$ (35 атм)] давлениях может быть порядка нескольких секунд. Это справедливо для сплава 78% Zn+22% Al, но должно быть верно и для любого другого сплава, который имел бы такие же значения показателя m при одинаково высоких скоростях деформации и такой же низкий уровень напряжения течения, как и указанный сплав. Достигнутый уровень понимания механизмов процесса сверхпластической деформации позволяет получать сплавы с такими свойствами.

Конечно, получать готовые изделия в течение нескольких секунд весьма заманчиво и хотя скорости формоизменения сверхпластичных сплавов, достигнутые к настоящему моменту, много меньше скоростей известных технологических процессов обработки металлов давлением, преимущества деформирования материалов с использованием их сверхпластичных свойств за счет уменьшения числа операций должны скомпенсировать этот недостаток. Томсен и др. [1] обсуждают эти преимущества более подробно.

Замечание

Принявшие участие в дискуссии Дин В. Э. и Андерсон В. Э. (Исследовательская лаборатория ALCO, Нью-Кенсингтон, Пенсильвания) отметили, что в чистых металлах и твердых растворах величина зерна заметно влияет на предел текучести, но в гетерогенных сплавах, например, в промышленных алюминиевых сплавах, это влияние невелико. В частности, механические свойства сплава 2024-T4 (номинальный состав: Al+4,5% Cu+1,5% Mg+0,6% Mn и $\leq 0,5\% \text{ Si}$ $\leq 0,5\% \text{ Fe}$) практически не менялись при изменении величины зерна от 3 до 7,5 баллов по шкале ASTM. В то же время они считают, что другие свойства сплавов могут быть более чувствительными к изменению величины зерна и что не во всех случаях необходимо добиваться получения ультрамелкого зерна для ощутимого улучшения свойств сплавов.

Список литературы

1. Thomsen T. H. a. o. Met. Eng. Quart., 1970, v. 2, p. 1.
2. Pearson C. E. J. Inst. Metals, 1934, v. 54, p. 111.

3. Sauerwald F. Archiv Metallkunde, 1949, v. 3, 5, p. 165.
4. Бочвар А. А., Сви́дерская З. А., Изв. АН СССР, ОТН, 1945, № 9, с. 821.
5. Underwood E. E. J. Metals, 1962, v. 14, p. 914.
6. Backofen W. A. a. o. Trans. ASM Quart., 1964, v. 57, p. 980.
7. Avery D. H., Stuart J. M. Surfaces and Interfaces II: Physical and Mechanical Properties, Syracuse University Press, 1968.
8. Lee D., Backofen W. A. Trans. Met. Soc. AIME, 1967, v. 239, p. 1034.
9. Holt D. L., Backofen W. A. Trans. ASM Quart., 1966, v. 59, p. 755.
10. Alden T. H. Acta Met., 1967, v. 15, p. 469.
11. Hayden H. W. a. o. Trans. ASM Quart., 1967, v. 60, p. 3.
12. Chaudhari P. Acta Met., 1967, vol. 15, p. 1777.
13. Avery D. H., Backofen W. A. Trans. ASM Quart., 1965, v. 58, p. 551.
14. Backofen W. A. a. o. Ductility, ASM, Metals Park, Ohio, 1968.
15. Karim A. a. o. Trans. Met. Soc. AIME, 1969, v. 245, p. 1131.
16. Nabarro F. R. N. in «Proc. Conf. on Strength of Solids», Physical Society of London, Cambridge 1948, v. 75.
17. Herring C. J. Appl. Phys., 1950, v. 21, p. 437.
18. Coble R. L. J. Appl. Phys., 1963, v. 34, p. 1679.
19. Лифшиц И. М. ЖЭТФ, 1963, т. 17, с. 909.
20. Bingham E. C. «An Investigation of the Laws of Plastic Flow», Scientific Paper No. 278, U. S. Bureau of Standards.
21. Holt D. L. Trans. Met. Soc. AIME, 1968, v. 242, p. 25.
22. Cline H. E., Alden T. H. Trans. Met. Soc. AIME, 1967, vol. 239, p. 1034.
23. Holt D. L. Trans. Met. Soc. AIME, 1968, v. 242, p. 740.
24. Holt D. L. Int. J. Mech. Sci., 1970, v. 12, p. 491.

УДК. 14.018.292 : 539.214 : 539.4 : 539

Р. К. ГИБСОН, Дж. Х. БРОФИ

ЖЕЛЕЗОХРОМОНИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ СО СТРУКТУРОЙ «МИКРОДУПЛЕКС»

Ранняя работа Бэкофена по сверхпластичности была опубликована в 1964 г.¹ За исключением работы Филдса [2], рассматривающей практическое применение этого явления, большинство исследований посвящено выяснению особенностей механизма сверхпластичности. Число работ, рассматривающих различные аспекты этого явления, заметно растет с каждым годом.

¹ Имеется в виду первая американская работа. В СССР первая работа о сверхпластичности появилась в 1945 г. (см. А. А. Бочвар и З. А. Сви́дерская. Изв. АН СССР. ОТН, 1945, № 9). *Прим. ред.*

Исследованиями в лаборатории авторов выявлены многочисленные, представляющие значительный технический интерес свойства железохромоникелевых сплавов со структурой «микродуплекс¹», оказавшихся, как выяснилось, сверхпластичными. Практически, некоторые из этих сплавов могут быть использованы в промышленности еще до того, как найдется какое-либо непосредственное применение их способности деформироваться сверхпластично.

Цель статьи — описать способы получения мелкозернистой двухфазной структуры «микродуплекс» и обусловленного ею уровня механических свойств железохромоникелевых сплавов. Показана также возможность преобразования структуры «микродуплекс» в структуру с обычными свойствами.

Железохромоникелевые сплавы, проявляющие сверхпластичное поведение

На диаграмме состояния системы Fe—Cr—Ni (рис. 1) [3] сплавы с такими свойствами располагаются в двухфазных областях: в области $\alpha' + \gamma$ -никелевые и железоникелевые сплавы; в области $\alpha + \gamma$ -сплавы на основе железа. Присутствие титана в большинстве сплавов, приведенных на рис. 1, смещает линию превращения $\gamma \rightarrow \gamma + \alpha'$ в сторону меньших содержаний хрома и железа (смещение отмечено стрелками). При температуре около 1000°С структура сплавов на основе никеля состоит из обогащенной хромом α' -фазы с о.ц.к. решеткой, распределенной в γ -матрице с г.ц.к. решеткой. В этом же температурном диапазоне структура сплавов на основе железа обратна по отношению к предыдущей: γ -фаза (аустенит) с г.ц.к. решеткой распределена в α -матрице (феррите) с о.ц.к. решеткой. Относительные размеры и распределение частиц второй фазы в этих структурах определяются последовательностью операций термомеханических обработок сплава.

Методы получения структуры микродуплекс

Являясь чрезвычайно мелкозернистой, структура микродуплекс в значительной степени способствует проявлению сверхпластичности в указанных сплавах при

¹ Под структурой «микродуплекс» подразумевается двухфазная структура, содержащая распределенную по объему мелкого зерна высокодисперсную о.ц.к. либо г.ц.к. фазу в аустенитной (никелевые сплавы) или ферритной (сплавы на основе железа) матрице. В связи с отсутствием соответствующего термина в отечественной литературе в переводе сохранено понятие «структура микродуплекс», в качестве термина для обсуждения может быть предложено понятие «взаимно измельченная двухфазная микроструктура». *Прим. ред.*

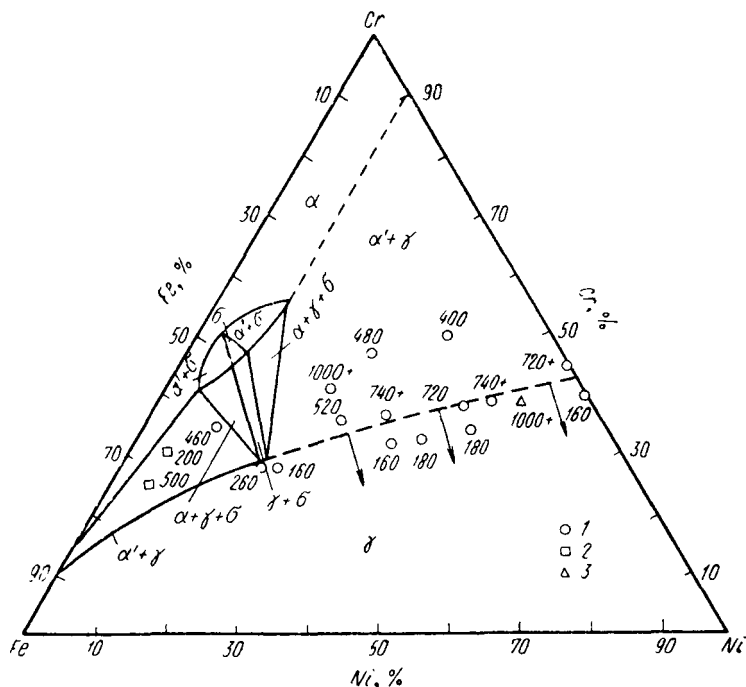


Рис. 1. Сечение диаграммы состояния тройной системы Fe—Cr—Ni при 1000°С [3]. На диаграмму нанесены значения удлинений (%) различных сплавов при высокотемпературном растяжении со скоростью 5 мм/мин. Положение указанных областей соответствует сплавам без титана:

Обозначение	Сплав	t , °С
1	2% Ti+1% Al	980
2	0,6% Ti	925
3	0,6% Ti	980

температурах от 0,6 до 0,8 $T_{пл}$ °К. Такая структура обеспечивает также хорошие технологические свойства сплавов как при умеренно высоких, так и при комнатной и отрицательных температурах. В качестве примера на рис. 2 представлена фотография микроструктуры сплава на никелевой основе. Богатая хромом α' -фаза располагается преимущественно по границам зерен г. ц. к.-матрицы.

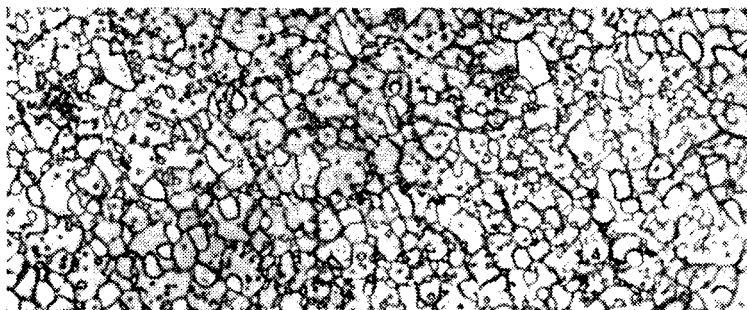


Рис. 2. Структура микроdupлек в никелевом сплаве 39% Cr+18 Fe+0,6% Ti

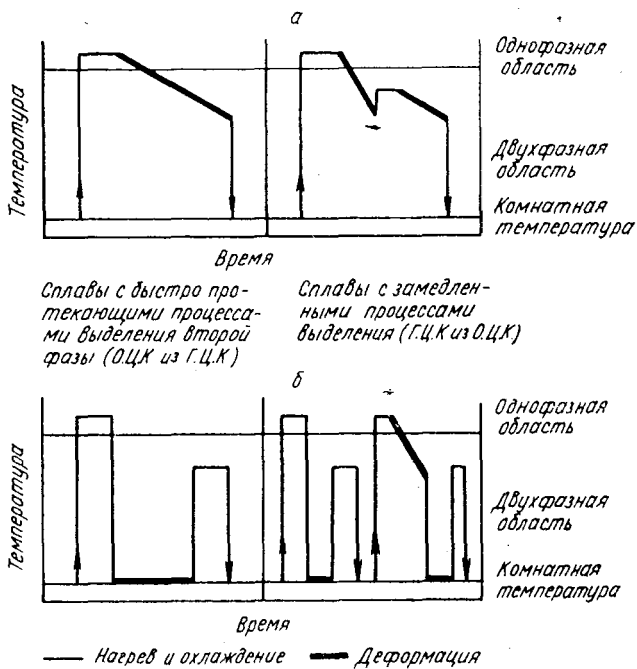


Рис. 3. Схема технологических режимов получения структуры микроdupлек в двухфазных железохромоникелевых сплавах: а — схема горячей деформации; б — схема холодной деформации

Структура микроdupлекс получается в результате обработок по различным схемам сплавов с быстро выпадающей второй фазой (сплавы на основе никеля) и сплавов с замедленными процессами выделения (сплавы на основе железа) (рис. 3). Для указанных сплавов можно использовать режимы, включающие как горячую, так и холодную деформации. При горячей деформации этих сплавов вторая фаза вначале растворена в матрице и лишь затем она может выделяться и стабилизировать размер зерна непрерывно рекристаллизующейся матрицы. При режимах, включающих холодную деформацию, вторая фаза выделяется при нагреве холоднодеформированной однофазной матрицы, сдерживая тем самым рост зерен. Структура микроdupлекс образуется лишь в том случае, если процесс выделения второй фазы протекает одновременно либо предшествует рекристаллизации. По существу, в указанных сплавах достигается один и тот же порядок измельчения зерна до размера < 10 мкм, а режимы деформации и термической обработки не сложны и легко осуществимы на уже разработанном технологическом оборудовании.

В работе [4] показано, что соотношение Зинера [5] для предельно минимального размера зерна двухфазных сплавов, видоизмененное Мак Лином [6], справедливо и для рассматриваемых сплавов и свидетельствует о сдерживающем действии частиц второй фазы на рост зерна матрицы при образовании структуры микроdupлекс. Соотношение Зинера — Мак Лина имеет вид:

$$D = \frac{2}{3} \cdot \frac{d_1}{V_f}, \quad (1)$$

где D — диаметр зерна матрицы;

d_1 — средний диаметр частиц второй фазы;

V_f — их объемная доля.

На рис. 4, заимствованном из работы [4], наклоны двух прямых — пунктирной, построенной по значениям, вычисленным из соотношения (1), и сплошной, построенной по экспериментальным значениям, полученным при количественном металлографическом анализе, отличаются на величину 0,18. Различие это связано, вероятно, с тем, что соотношение Зинера — Мак Лина получено в предположении о сферической форме зерен матрицы и частиц второй фазы, чего не наблюдается в реальных

сплавах. Тем не менее, столь близкое совпадение экспериментальных значений величины зерна с теоретическими [из соотношения (1)] свидетельствует о сдерживающем действии дисперсной фазы на рост зерен матрицы в процессе деформации.

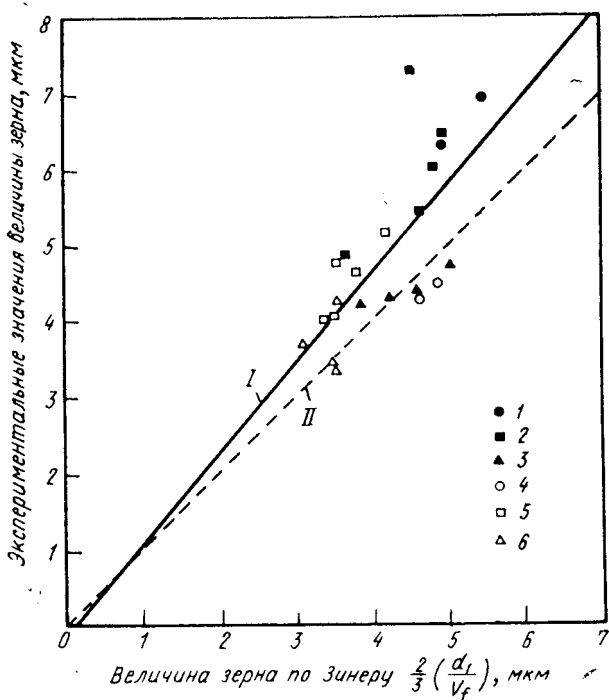


Рис. 4. Экспериментальные значения величины зерна в недеформированной головке (1—3) и деформированной рабочей части (4—6) образца после растяжения при 980° С в функции теоретического размера зерна по Зинеру [4]. Начальная скорость деформации, мин⁻¹■

1, 4 — 0,016; 2, 5 — 0,16; 1, 6 — 1,6;

$$I - D \approx 1,18 \left(\frac{2}{3} \frac{d_1}{V_f} \right); \quad II - D = \frac{2}{3} \frac{d_1}{V_f}$$

В нержавеющей стали с 26% Cr и 6,5% Ni, получившей название IN-744, структуру микродуплекс можно получить в результате соответствующей обработки слитков массой от 4,5 кг до 10 т. В листе этой стали толщиной ~0,5 мм, изготовленном прокаткой из 10-тонного полупромышленного слитка, получено зерно вели-

чиной 0,6 мкм. При проработке данной стали в лабораторных условиях ни в одном случае не удалось получить столь мелкое зерно, вероятно, вследствие того, что промышленный слиток подвергался многократному воздействию циклов «деформация — отжиг» со значительными обжатиями при ковке и прокатке. В большинстве случаев окончательный размер зерна составлял, как минимум, 5—6 мкм. Режим прокатки этой стали при получении структуры микродуплекс подобен режиму, обычно применяемому для существующих нержавеющей сталей и не представляет никаких трудностей для прокатчиков—операторов.

Свойства сплавов со структурой микродуплекс

Основным стимулом для разработки сплавов со структурой микродуплекс послужила их способность выдерживать значительные удлинения при высокотемпературном растяжении. Это сверхпластичное поведение всесторонне исследовано различными экспериментальными методами. В системе Fe—Cr—Ni механизм сверхпластического течения, по-видимому, полностью совпадает с хорошо известной обычной ползучестью и контролируется в основном новыми состояниями границ, возникающими в результате стабилизации зерна в структуре микродуплекс [7]. В данной статье, вероятно, нет необходимости рассматривать механизм сверхпластичности, тем более, что кроме этого свойства сплавы со структурой микродуплекс обладают множеством других, которые могут принести практическую пользу.

Свойства сплавов при горячем деформировании

Способность сплавов со структурой микродуплекс деформироваться при высоких температурах с относительно высокими скоростями отражает их склонность к сверхпластичности.

На рис. 5 представлена зависимость усилий прокатки от температуры образцов никелевого сплава с двумя различными структурами — мелкозернистой и крупнозернистой. Первая была получена в результате горячей деформации (см. рис. 3), вторая — после предварительного (перед испытаниями) отжига при 1200°С с целью

растворения дисперсной α' -фазы и укрупнения зерна матрицы. Из рис. 5 видно, что усилия прокатки существенно меньше для материала с мелкозернистой структурой.

В то же время, как показано в работе [8], для стали IN-744 различий в усилиях прокатки материала с крупно- и мелкозернистой структурами не наблюдается и

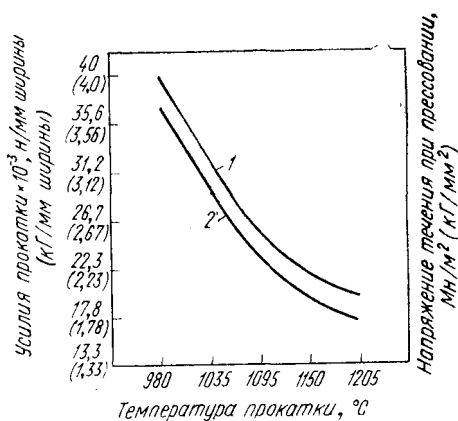


Рис. 5. Усилия прокатки никелевого сплава 39% Cr+10% Fe+2% Ti в зависимости от усилий прокатки:

1 — крупнозернистый материал (отжиг при 1200° C); 2 — мелкозернистый материал (горячая деформация)

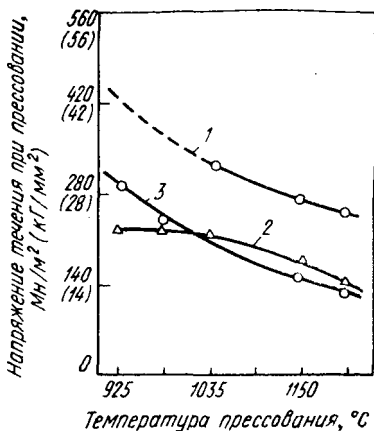


Рис. 6. Напряжение течения при прессовании сталей AISI-304 (1), AISI-430 (2) и IN-744 (3), кованых при 1200° C

прокатка выполняется очень легко. Операторы прокатных станов и прессов отмечают, что сталь IN-744 деформируется без труда и с большой вытяжкой.

Горячекатаные заготовки диаметром 88 мм из сталей трех классов: IN-744, AISI-1304 и AISI-1430 — были экструдированы в прутки диаметром 22 мм и оказалось, что напряжения течения стали IN-744 при всех температурах прессования в интервале 925—1200° C сравнимы с напряжениями течения ферритной стали и много меньше, чем в случае аустенитной нержавеющей стали (см. рис. 6). Заготовки из стали IN-744 полупромышленной выплавки прессуются в сложные профили (рис. 7) и показывают хорошую способность к воспроизведению формы матрицы (заполнению штампа) и достаточно низкие усилия прессования.

На рис. 8 [9] представлены результаты испытания стали IN-744 на скручивание при температуре 1010°C и скорости 200 об/мин . Видно, что сопротивление кручению стали $25\% \text{ Cr} + 4\% \text{ Ni}$ с обычной структурой вначале возрастает и достигает максимума после нескольких оборотов, тогда как для стали IN-744 этот максимум,

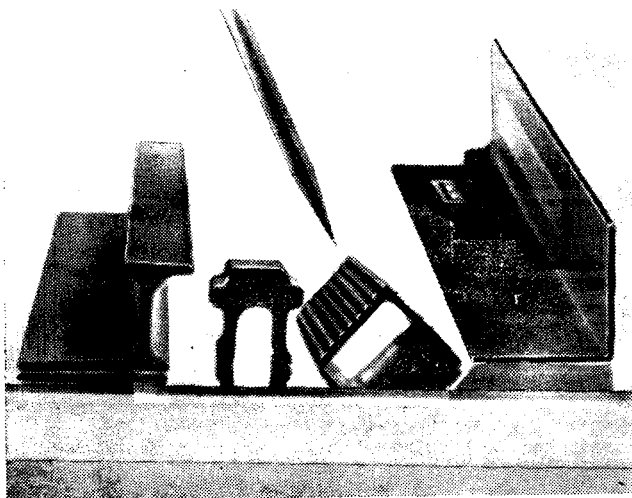


Рис. 7. Изделия из стали IN-744, полученные прессованием и демонстрирующие хорошее заполнение инструментальной формы

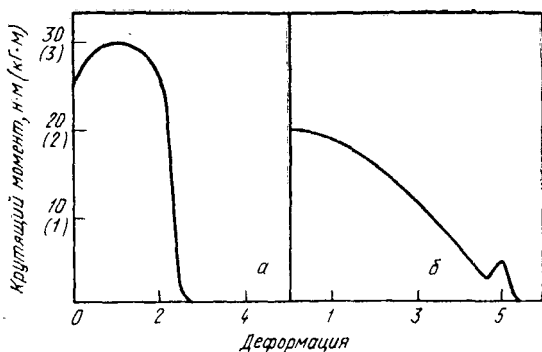


Рис. 8. Результаты испытания на кручение стали $25\% \text{ Cr} + 4\% \text{ Ni}$ с обычной структурой и стали IN-744 (б) при 1000°C [9]

во-первых, ниже, а во-вторых, достигается сразу же после начала деформирования. Такой характер зависимости аналогичен ходу кривой «нагрузка — удлинение» при высокотемпературном растяжении сверхпластичных материалов.

Область применения низкоскоростного деформирования сверхпластичных сплавов обычно ограничена испытаниями на растяжение. В настоящее время возможности такого деформирования используются не в полной мере.

Вряд ли широкое применение в технологических процессах сверхпластичного формоизменения найдут сплавы, не обладающие нужным комплексом механических свойств, поэтому целесообразно рассмотреть свойства стали IN-744 и никелевого сплава со структурой микродуплекс при комнатной и повышенных температурах, делающие эти материалы технически интересными и перспективными.

Механические свойства стали IN-744 при комнатной температуре

Обычно предполагают, что измельчение зерна приводит к повышению прочности материала при растяжении, к росту усталостной прочности и увеличению вязкости разрушения. Свойства стали IN-744 подтверждают это предположение. Предел текучести отожженных образцов этой стали, вырезанных из бруска, пластины и листа, равен 490—630 Мн/м^2 (49—63 кГ/мм^2), в зависимости от температуры отжига и предшествующей технологической операции. Размер зерна оказывает сильное влияние на прочностные свойства этой стали (рис. 9). Повышение предела текучести с 490 (49) до 860 Мн/м^2 (86 кГ/мм^2) достигнуто за счет измельчения зерна феррита до размера 0,6 $\mu\text{м}$ (такое зерно получили в листе толщиной 0,5 мм — см. выше).

Ход прямой на рис. 9 подчиняется уравнению Холла — Петча:

$$\sigma = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}, \quad (2)$$

где σ — напряжение;
 d — размер зерна феррита.

Наклон прямой (k_y) составляет $0,45 \text{ Мн/м}^{3/2}$ ($1,45 \text{ кг}\cdot\text{мм}^{3/2}$) и, как показали Флорин и Хейден [10], превышает соответствующие коэффициенты для каждой из двух фаз стали IN-744 ($k_y=0,21$ для феррита и $0,31$ для аустенита).

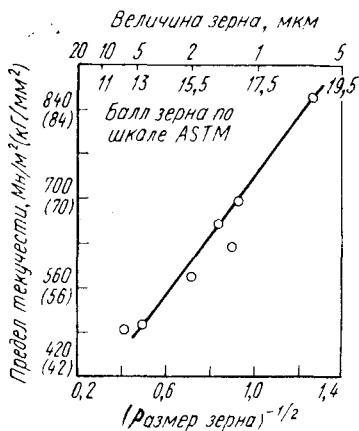


Рис. 9. Влияние размера зерна на предел текучести стали IN-744

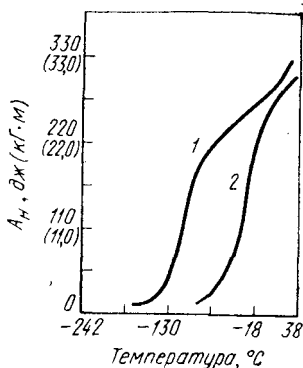


Рис. 10. Влияние размера зерна на температуру перехода от вязкого к хрупкому разрушению нержавеющей стали IN-744. Образцы Шарпи с V-образным надрезом

Циклическая прочность стали IN-744, по-видимому, не столь сильно зависит от величины зерна, как предел текучести. Однако она значительно выше прочности известных ферритных и аустенитных сталей. Данные, полученные Хейденом и Брофи [8] (см. табл. 1), свидетельствуют о том, что предел усталости стали IN-744 несколько увеличивается с уменьшением величины зерна и значительно превышает предел усталости образцов с крупнозернистой полностью ферритной структурой; в последнем случае циклическая прочность сравнима с прочностью обычной стали AISI-430 ферритного класса.

Ударная вязкость стали IN-744 также зависит от размера зерна. При изменении диаметра зерна от 2 до 25 мкм температура перехода от вязкого разрушения

Кривая	Размер зерна, мкм	Размер зерна ASTM	Режим отжига
1	2	15,5	925°C, 1 ч
2	8,5	25	925°C, 170 ч

Циклическая прочность нержавеющей сталей

Сплав	Структура	Размер зерна		Предел усталости $\sigma_{1,7}$
		мкм	балл по шкале ASTM	Мн/м ² (кг/мм ²)
IN-744	Микродуплекс	5,7	12,7	440 (44,0)
IN-744	»	10,3	11,0	430 (43,0)
IN-744	»	25,0	8,5	400 (40,0)
IN-744	Феррит	65,3	5,8	300 (30,0)
Сталь AISI-430	»	—	—	280 (28,0)
Сталь AISI-304	Аустенит	—	—	195 (19,5)

к хрупкому смещается в сторону повышенных температур от -130°C до -45°C (рис. 10) [11]. Наблюдающееся различие в свойствах стали обусловлено исклю-

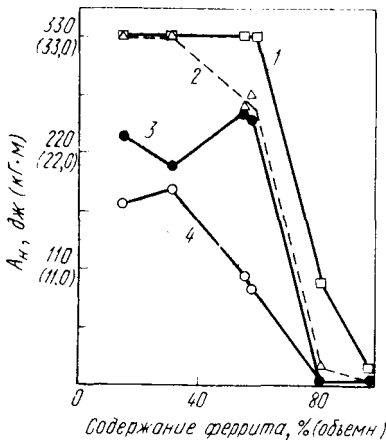


Рис. 11. Зависимость ударной вязкости образцов Шарпи с V-образным надрезом ряда сплавов от содержания в них феррита. Образцы перед испытанием отожжены при 925°C в течение 1 ч и закалены в воде. Температура, $^{\circ}\text{C}$:

1 — -18 ; 2 — -75 ; 3 — -130 ;
4 — -196

чительно различием дисперсности структуры, так как химический состав фаз и мелкозернистого, и крупнозернистого материала был одинаков.

В определении уровня вязкости разрушения не менее важную роль, чем размер зерна, играет дисперсная аустенитная фаза [10]. Роль частиц аустенитной фазы хорошо иллюстрируют данные, приведенные на рис. 11, на котором ударная вязкость ряда сплавов при несколь-

ких температурах испытаний представлена в зависимости от содержания феррита. Составы этих сплавов соответствуют двухфазной области и лежат на линии, параллельной одной из кривых, ограничивающих эту область. Следовательно, химический состав каждой из фаз для всех сплавов одинаков и потому различия в результатах обусловлены только величиной зерна и соот-

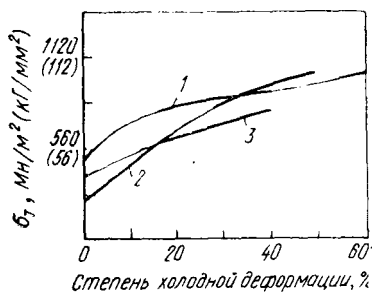


Рис. 12. Сравнение пределов текучести холоднодеформированных сталей IN-744 (1), AISI-304 (2), AISI-430 (3) при комнатной температуре

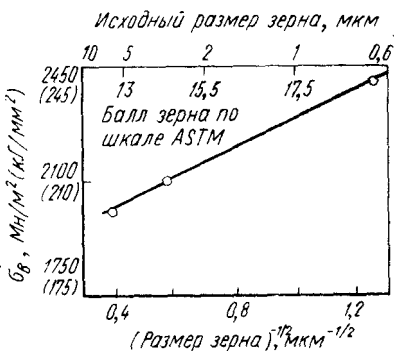


Рис. 13. Влияние исходного размера зерна на прочность холоднотянутой проволоки из стали IN-744

ношением присутствующих фаз. Приведенные данные показывают, что дисперсная аустенитная фаза способствует повышению вязкости сплава. Размер зерна не вносит искажений в эти данные, поскольку, например, в сплавах с 60 и 80% феррита он был почти одинаков.

Микроструктурные исследования разрушенных образцов показали, что в тех случаях, когда на пути распространения трещины встречаются зерна аустенита, трещины задерживаются либо притупляются. Результаты, полученные недавно Хейденом и др. [12], свидетельствуют о том, что именно вязкость аустенита, а не его низкая прочность или деформируемость являются причиной, затрудняющей распространение трещин.

Сталь IN-744 можно подвергать холодной деформации и получать из нее прутки, проволоку или лист, используя уже имеющееся оборудование. При этом усилия обработки близки к тем, которые наблюдаются для обычных нержавеющей сталей. Из представленных на рис. 12 зависимостей пределов текучести сталей IN-744,

AISI-430 и AISI-304 при комнатной температуре от степени холодной деформации видно, что на начальной стадии скорость деформационного упрочнения стали IN-744 близка к скорости упрочнения аустенитной стали, при больших же степенях деформации она близка к скорости упрочнения ферритной стали. Флорином и Хейденом показано, что сталь IN-744 по характеристикам деформационного упрочнения ближе к ферритным сталям, чем к аустенитным [10]. На рис. 13 представлена зависимость прочности холоднотянутой на 98,8% проволоки из стали IN-744 диаметром 0,25 мм. Различные значения исходного (перед протяжкой) размера зерна получали варьированием времени, но не температуры отжига, с тем чтобы химический состав фаз остался неизменным. Прирост прочности отожженной стали IN-744, обусловленный измельчением зерна с 6 до 0,6 мкм [примерно на 420 Мн/м^2 (42 кг/мм^2 — см. рис. 9)], сохраняется даже после значительной холодной деформации. Подобные же результаты получены Каррекером и Хиббардом [13] и они позволяют утверждать, что после нескольких процентов удлинения скорость деформационного упрочнения становится нечувствительной к размеру зерна. Практически, измельчение зерна стали IN-744 с 6 до 0,6 мкм перед волочением повысило прочность холоднотянутой на 98,8% проволоки с 2000 до 2450 Мн/м^2 (с 200 до 245 кг/мм^2).

Свойства сплавов на основе никеля при повышенных температурах

В работе [3] было показано, что, подвергая сплав на никелевой основе термической обработке, укрупняющей зерно, можно заставить его проявить весь диапазон поведения при высокотемпературном растяжении: от сверхпластичного до обыкновенно пластичного.

На рис. 3 схематично показаны режимы термомеханических обработок, необходимых для получения мелкозернистой двухфазной структуры микродуплекс. Для никелевого сплава такая структура представлена фотографией на рис. 2. Используя различные виды термической обработки, в том же сплаве можно получить крупнозернистую двухфазную структуру — так называемую структуру «макродуплекс» (рис. 14). Обе эти структуры

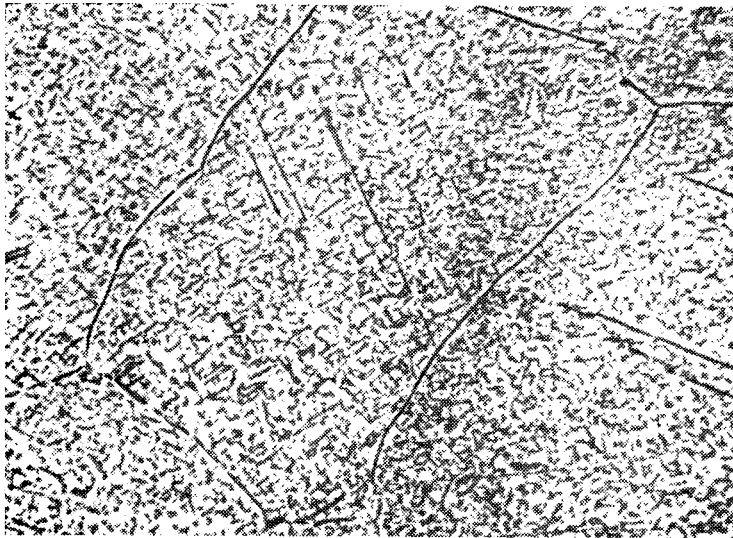


Рис. 14. Грубозернистая двухфазная структура «макродуплекс» никелевого сплава 38% Cr+18% Fe+0,6% Ti

Таблица 2

Периодичность изменения свойств сплава на основе никеля
(38% Cr+1,9% Fe 0,6% Ti) при температуре испытания
980 и 870° С

№ пп.	Структура	Кратковременные механические свойства	Удлинение, %	Длительные механические свойства		
		σ_b ,		приложенное напряжение	время до разрушения, ч	удлинение, %
		Мн/м ² (кг/мм ²)				

Температура 980° С

1	Микродуплекс	62 (6,2)	688	— —	—	—
2	Макродуплекс	136 (13,6)	39	24,5 (2,45)	712	54
3	Микродуплекс	45 (4,5)	723	— —	—	—

Температура 870° С

4	Микродуплекс	— —	—	28 (2,8)	0,4	161
5	Макродуплекс	— —	—	49 (4,9)	1055,6	45

обладают полезными свойствами. В табл. 2 сравниваются свойства никелевого сплава $38\% \text{Cr} + 18\% \text{Fe} + 0,6\% \text{Ti}$ одной плавки, но в различных структурных состояниях: микро- и макродуплекс. Из результатов, приведенных в таблице, видно, что материал 1, отожженный при 980°C после горячей прокатки, обладал сверхпластичными свойствами. Материал 2, полученный из материала 1 отжигом при 1200°C для получения структуры макродуплекс, оказался не сверхпластичным, но обнаружил известное сопротивление ползучести. В материале 3, полученном из материала со структурой макродуплекс холодной деформацией и отжигом, сверхпластичность проявилась вновь. Такая изменчивость свойств наглядно демонстрирует возможность управления зависимостью «структура — свойства» в этом сплаве. Практически, становится возможным получить сплав, способный деформироваться сверхпластично, подвергнуть его обработке по технологии сверхпластичного формоизменения и затем простой термической обработкой повысить его сопротивление ползучести для службы при повышенных температурах.

Никелевый сплав указанного состава со структурой «макродуплекс» вполне пригоден для службы в условиях ползучести. Из приведенных в табл. 2 результатов испытания на длительную прочность этого сплава и широко используемой в настоящее время жаропрочной нержавеющей стали AISI-310, видно, что при температуре испытания 870°C время до разрушения никелевого сплава значительно больше времени до разрушения нержавеющей стали.

Заключение

В некоторых сплавах системы Fe—Cr—Ni можно получить мелкозернистую двухфазную структуру микродуплекс, используя различные режимы термомеханической обработки.

Эти режимы легко выполнимы в промышленных условиях; нержавеющая сталь IN-744 получена в слитках массой до 10 т и в листе этой стали толщиной $\sim 0,5$ мм достигнута величина зерна $\sim 0,6$ мкм.

Структура микродуплекс способствует повышению технологичности сплавов при высоких температурах, о

чем свидетельствуют низкие усилия прессования, горячей прокатки и кручения и высокие значения вытяжки. И это влияние ощутимо даже при относительно высоких скоростях известных промышленных процессов обработки металлов давлением, хотя максимальные эффекты, включая истинное сверхпластичное поведение, проявляются при низких скоростях деформирования.

Механические свойства сплавов на основе железа со структурой микродуплекс характеризуются высоким пределом прочности, высоким пределом усталости и высокой вязкостью разрушения.

Структуру рассматриваемых сплавов можно перевести из состояния «микродуплекс» в состояние «макродуплекс» с помощью термической обработки. Это представляет благоприятную возможность сформировать готовое изделие, используя свойство сверхпластичности, а затем термической обработкой перевести его в состояние, устойчивое против ползучести.

Список литературы

1. Backofen W. A. a. o. Trans. ASM Quart., 1964, v. 57, p. 980—990.
2. Fields D. M. Jr. Metal Science Forum on Superplasticity, ASM Annual Meeting, Cleveland, Ohio, October 17, 1967.
3. Hayden H. W. a. o. Trans. ASM Quart., 1967, v. 60, p. 3.
4. Lindinger R. J. a. o. Trans. ASM Quart., 1969, v. 62, p. 230.
5. Smith C. S. Trans. ASM Quart., 1948, v. 175, p. 15.
6. Д. Мак Лин. Границы зерен в металлах. Металлургиздат, 1960.
7. Hayden H. W., Brophy J. H. Trans. ASM Quart., 1968, v. 61, p. 542.
8. Gibson R. C. a. o. Trans. ASM Quart., 1968, v. 61, p. 85.
9. Riedl J. Proc. of Iron and Steel Inst. of Austria, 1968.
10. Floreen S., Hayden H. W. Trans. ASM Quart., 1968, v. 61, p. 489.
11. Hayden H. W., Floreen S. Trans. ASM Quart., 1968, v. 61, p. 474.
12. Carreker R. P., Hibbard W. R. Acta Met., 1953, v. 1, p. 654.

Дж. В. ЭЛДРИЧ, Д. Х. ЭВЕРИ

ПОВЕДЕНИЕ СВЕРХПЛАСТИЧНОГО СПЛАВА ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ ДЕФОРМИРОВАНИИ

Явление сверхпластичности характерно для металлов со сверхмелким зерном [1—43]. Сверхпластичное поведение этих материалов характеризуется необычно высоким сопротивлением локализованному течению и высокими равномерными удлинениями (500—2000%). Обычно считают, что столь большие удлинения обусловлены высокой чувствительностью напряжения к скорости деформации, характеризующейся показателем m [2, 30, 33, 44].

$$m = \frac{\delta \ln \sigma}{\delta \ln \dot{\epsilon}}$$

Область пика показателя m лежит внутри ограниченного интервала скоростей деформации. Величина показателя m снижается как при больших, так и малых скоростях деформации и является функцией температуры, химического состава материала и размера зерна. Влияние химического состава связано с микроструктурой материала и ее стабильностью.

Ряд теорий связывает явление сверхпластичности с такими механизмами, как метастабильность [1, 4—6, 9—11, 20—23], диффузионная ползучесть по механизму Набарро — Херринга [37, 30, 43, 45, 46], рекристаллизация и возврат [39], скольжение [39] и перемещение дислокаций [29, 42], ползучесть по механизму Кобла [38, 47, 48], кристаллографическое скольжение [40] и скольжение по границам зерен [25, 27, 32, 33, 37]. Хотя перечисленные теории объясняют различные аспекты и специфичные проявления явления сверхпластичности, ни одна из них не может полностью описать накопленные экспериментальные данные, и часто различные теории противоречат друг другу.

В наиболее раннем исследовании эвтектоидного сплава $Zn-Al$ явление сверхпластичности связывали с метастабильным состоянием структуры. Однако в этом сплаве и в ряде других систем легирования было показано, что метастабильность не является необходимым условием проявления сверхпластичности, так как сверхпластичность в них была обнаружена даже после превращения. Эвери и Бэкофен [3] связывают вязкое поведение, как контролирующий механизм деформации, с ползучестью по Набарро — Херрингу. Однако Джонс и Джонсон [48] отмечали, что этот механизм предсказывает значения скоростей деформации, которые на три порядка ниже наблюдаемых, и предлагают для объяснения сверхпластичности диффузионную ползучесть по границам зерен (ползучесть Кобла). Пакер и Шерби [39] предлагают модель, основывающуюся

на явлениях рекристаллизации и возврата. Однако эта модель не подтверждается экспериментально.

Олден [29] показал, что после сверхпластической деформации в области высоких значений показателя m не происходит увеличения предела текучести сплава $Pb+5\% Cd$ при температурах испытаний выше температуры начала отжига материала. Джифкинс [43, 49—51] отмечал, что рекристаллизация не является причиной сверхпластического поведения сплава $Pb—Th$ и свинца. Хейденом и др. [42] была предложена дислокационная модель, основанная на движении дислокаций путем переползания. Однако авторы отмечали уникальность своих наблюдений, в которых величина показателя m была постоянной при изменении скоростей деформации на четыре порядка, а энергия активации процесса была близкой к энергии объемной самодиффузии. Следует отметить, что в большинстве исследований даются значения энергии активации значительно меньшие, чем в экспериментах Хейдена, и близкие к значениям для диффузии по границам зерен [25, 29, 37, 38, 41].

Пакер и др. [40] рассматривают модель кристаллографического скольжения для объяснения наблюдаемой в их опытах эллиптичности поперечного сечения образцов в течение сверхпластической деформации. Однако в процессе растяжения текстура образцов до сверхпластической деформации уменьшалась, тогда как ожидалось ее возрастание при условии, что механизм деформации путем кристаллографического скольжения справедлив.

По-видимому, дислокационный механизм в целом неоправдан в сверхпластической области вследствие чрезвычайно низких напряжений, требующихся для течения материала. В материалах с таким мелким зерном следовало ожидать, что напряжения, необходимые для активации дислокационных источников, будут того же порядка или даже выше, чем в материалах с обычным зерном.

Еще раз следует отметить, что деформационное упрочнение и рекристаллизация не должны быть факторами, определяющими сверхпластичность сплавов. Однако, анизотропия могла являться причиной процесса, для характеристики которого Эвери и Стюартом был введен термин «обратное напряжение» [38]. Скольжение по границам зерен также рассматривают как возможный механизм сверхпластической деформации [25, 27], хотя наличие только одного этого механизма не позволяет объяснить наблюдаемые на практике очень большие удлинения вследствие имеющихся ограничений по совместимости [32, 33, 43]. Подобным образом интенсивное скольжение по границам зерен, отмечаемое во многих испытаниях на ползучесть, еще не является доказательством сверхпластического поведения материала.

У большинства исследователей проявляется тенденция связывать сверхпластичность с каким-то одним механизмом деформации, хотя в действительности (из-за противоречивости экспериментальных данных) нет оснований для такого предположения. Следует представлять, что сверхпластическая деформация не является результатом действия какого-то уникального механизма и что нельзя объединить противоречивые экспериментальные данные. По-видимому, правильным является тот подход, при котором полагают, что при больших скоростях деформации пластическое течение осуществляется по традиционным дислокационным механизмам, а в сверхпластической области изменяется не только механизм пластического

течения, но и механизм, контролирующий скорость процесса, и оба эти процесса могут изменяться при переходе от одной системы легирования к другой или при изменении условий испытаний в одной системе.

В работе приведены данные о поведении сверхпластичного эвтектического сплава Pb—Sn при одноосных испытаниях на усталость, которые позволяют понять некоторые аспекты, касающиеся механизмов сверхпластической деформации. Показано [25, 31—33, 43], что интенсивное скольжение по границам зерен происходит в сверхпластичной области, хотя из-за требования совместимости между зернами необходим дополнительный процесс, позволяющий релаксировать концентрации напряжений в тройных точках. При этом полагают, что при анализе данных испытаний с контролируемой амплитудой деформации можно разделить механизмы, ответственные за специфичное пластическое течение и контролирующие скорость процесса.

Если скольжение по границам зерен является важным фактором, то следует ожидать наличия предельной величины деформации, накапливаемой в результате действия только одного этого механизма, а при увеличении деформации действует дополнительный механизм, обеспечивающий требование совместимости. Так как в различных теориях вязкое поведение характеризуется разной зависимостью скорости деформации от размера зерна (таблица), то определив эту зависимость как функцию амплитуды деформации для контролирующего процесса, можно получить указания о реологической модели деформации.

Теория вязкого поведения

Механизм, контролирующий скорость процесса	Уравнение	Литературный источник
Скольжение по границам зерен	$\dot{\epsilon} = KN\delta\sigma\Omega D_{сд}/LkT$	[53, 54]
Диффузионная ползучесть Набарро—Херринга	$\dot{\epsilon} = \alpha v D\sigma/L^2kT$	[45, 46]
Диффузионная ползучесть по границам зерен по механизму Кобла	$\dot{\epsilon} = 150\sigma D_B W\Omega/L^3kT$	[47]

Примечание. $\dot{\epsilon}$ — скорость деформации; σ — приложенное напряжение; Ω — атомный объем; K — константа Больцмана; T — абсолютная температура; L — размер зерна; $D_{сд} = D_B$ — коэффициент самодиффузии по границам зерен; W — ширина границы зерна; v — объем вакансий; N — число границ зерен на длине 1 см; k, α, δ — геометрические константы.

Можно также ожидать, что вследствие высокой чувствительности напряжения к скорости деформации у сверхпластичных материалов они должны иметь повышенное сопротивление усталостному разрушению. В связи с этим исследовали долговечность сплава Pb—Sn при изменении скорости деформации от области, нечувствительной к скорости деформации, до сверхпластичной области.

Методика исследования

Эвтектический сплав Pb—Sn [61,9% (по массе) Sn] был выплавлен в открытой электропечи и отлит в слитки диаметром 50,8 мм. Исходными шихтовыми материалами были олово «Страйтс» (99,8% Sn) и свинец чистотой 99,9%. Слитки подвергали экструзии для получения прутков диаметром 9,5 мм (относительное сужение при этом составляло 96,2%). Из прутков вытачивали цилиндрические образцы длиной 12,7 мм и диаметром 5 мм с резьбовыми головками для испытаний на усталость. Были приняты специальные меры для предотвращения скручивания образцов при обточке.

Испытания образцов на усталость проводили на испытательной машине для одноосного нагружения, обеспечивающей постоянную скорость поперечной деформации. Испытания проводили при контролируемых амплитуде деформации и частоте нагружения. Пик нагрузки измеряли с помощью калиброванного кольцевого динамометра, соединенного с усилителем моста Эллиса и осциллографом. Температуры выше и ниже комнатной (22°С) получали нагревом или охлаждением подводимого к образцу воздушного потока. Температуру образца измеряли железо-константановой термопарой и поддерживали в пределах $\pm 1^\circ\text{C}$.

Пик скорости пластической деформации за цикл определяли из уравнения:

$$\dot{\epsilon}_{\text{пластич}} = \left[\frac{(\epsilon_{\text{общ}} - \sigma/E)}{1/4 \text{ цикла}} \right] \left(\frac{1}{\text{мин}} \right) \left(\frac{\text{мин}}{60 \text{ сек}} \right) \left(\frac{\pi}{2} \right), \quad (1)$$

где фактор $\pi/2$ является константой максимальной скорости деформации при переходе от пилообразного цикла деформации к синусоидальному циклу.

Такое преобразование сделано вследствие того, что фактически измеряемая нагрузка была пиком нагрузки, который в сверхпластичной области соответствует в большей мере пику скорости деформации, чем пику циклической деформации при обычном поведении. Деформацию измеряли индикаторами с круговой шкалой и для упрощения построения кривых принимали ее за общую деформацию, которая будет больше пластической деформации, зависящей как от напряжения, так и скорости деформации. Скорость деформации соответствовала пиковой скорости пластической деформации за цикл.

Для получения размера зерна от 1,38 до 6,1 мкм проводили отжиг сплава при 150°С с различными выдержками (до 70 ч). Размер зерна определяли металлографически методом секущих без дифференцирования межфазных границ и границ зерен. До начала испытаний проводили металлографическое исследование структуры на головках образцов (предварительно устанавливали идентичность микроструктуры в головке и рабочей части образца). Под действием температуры и выдержек в течение испытания зерно несколько укрупнялось. Образцы подвергали механической полировке и электролитическому травлению в электролите: 60 см³ хлорной кислоты + 590 см³ метанола + 350 см³ бутилового растворителя при напряжении постоянного тока 50 в.

Число циклов до разрушения сверхпластичного сплава Pb—Sn при испытаниях на усталость занижено, так как в данной работе

поверхность образцов была из-под резца и окончательную обработку поверхности образцов, как это обычно принято при испытаниях на усталость, не проводили.

Результаты исследования

Микроструктура образцов после механической обработки приведена на рис. 1, а и представляет собой обогащенную оловом матрицу, в которой имеются выделения обогащенной свинцом фазы. При увеличении продолжительности отжига происходит значительное огрубление структуры. При этом четко видны изолированные зерна обогащенных свинцом и оловом фаз (рис. 1, б, в).

Испытания образцов с разным размером зерна на усталость при одноосном нагружении при различных температурах, амплитудах и скоростях деформации показали, что поведение сверхпластичного сплава Pb—Sn при испытаниях на усталость подобно поведению этого сплава при испытаниях на растяжение (рис. 2). Кривые зависимости напряжения от скорости деформации имеют характерную сигмоидальную форму. При постоянной скорости деформации пик циклического напряжения возрастает с увеличением деформации, размера зерна и уменьшением температуры испытаний. Кривые зависимости величины показателя m от скорости деформации (рис. 3) имеют характерную куполообразную форму и максимум на кривой $m=f(\dot{\epsilon})$ с уменьшением размера зерна и увеличением деформации и температуры сдвигается к большим скоростям деформации.

Было предложено эмпирическое уравнение

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m L^n, \quad (2)$$

чтобы представить данные общей деформации и температуры в виде зависимости:

$$\left. \frac{\delta \ln \sigma}{\delta \ln L} \right|_{\dot{\epsilon}} = m \left. \frac{\delta \ln \dot{\epsilon}}{\delta \ln \sigma} \right|_{\sigma} + n \quad (3)$$

и определить величину n , являющуюся степенным показателем зависимости напряжения от размера зерна. Решение этого уравнения включает в себя построение кривых в координатах $\ln \sigma - \ln L$ при $\dot{\epsilon} = \text{const}$ и $\ln \dot{\epsilon} - \ln L$

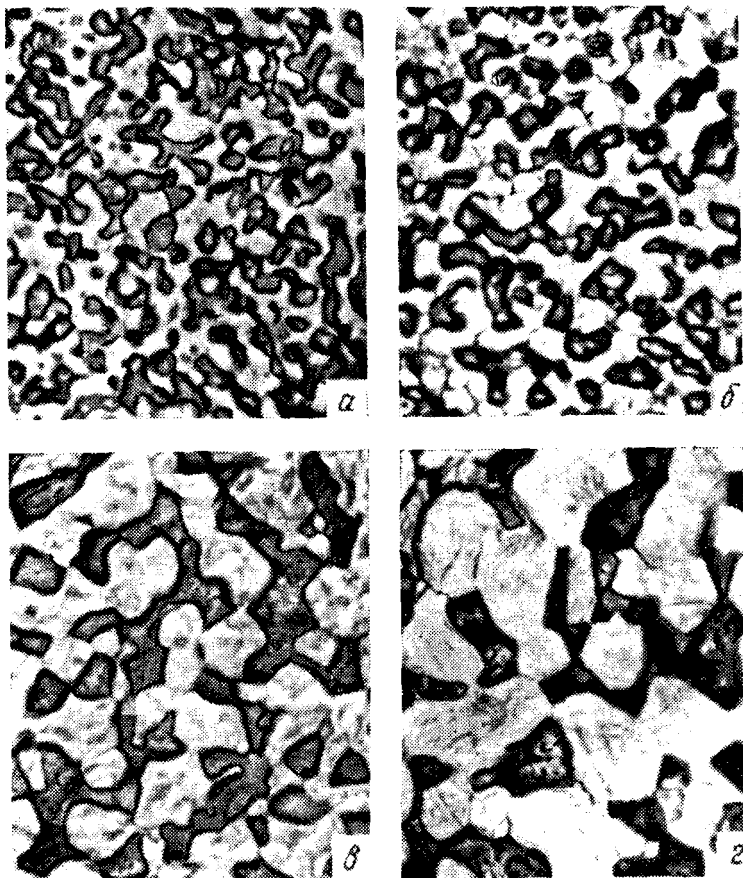


Рис. 1. Микроструктуры эвтектического сплава Pb—Sn после отжига при 150° в течение различного времени. Ось растяжения образца перпендикулярна фотографии. $\times 1500$:

Рисунок	Продолжительность старения τ	L , мкм
<i>a</i>	Исходная микроструктура	—
<i>б</i>	1	2,28
<i>в</i>	8	3,72
<i>г</i>	50	5,52

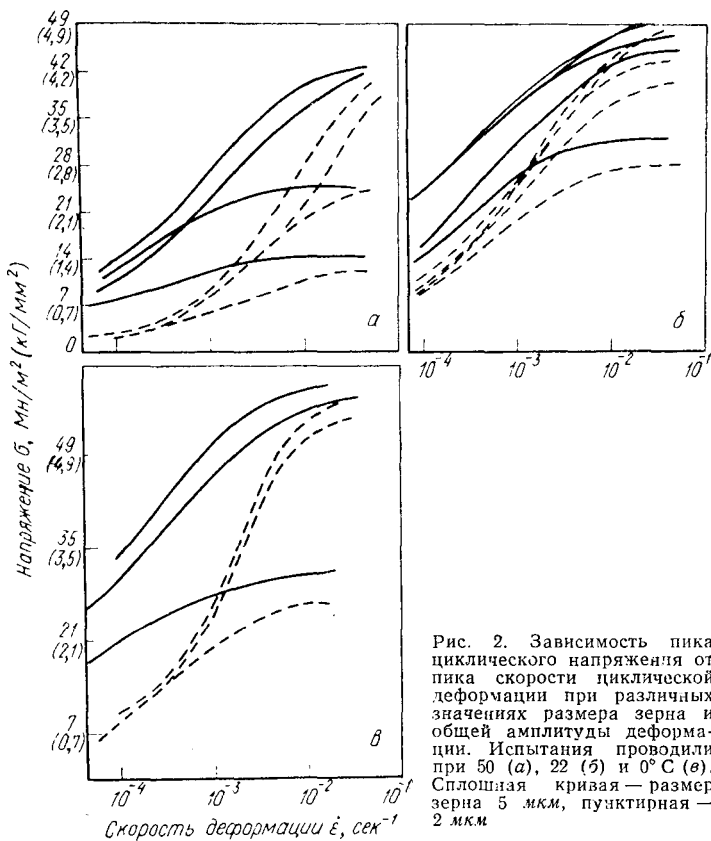
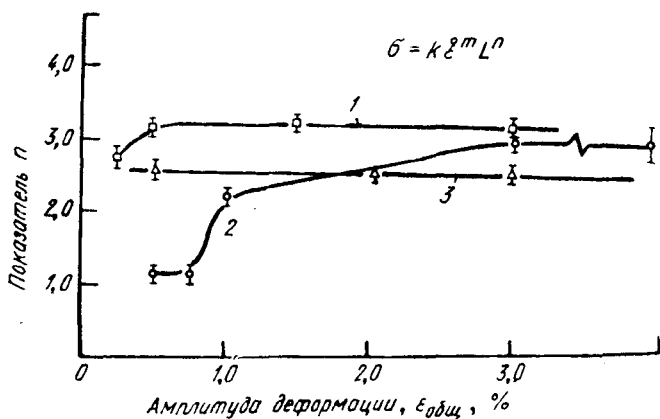
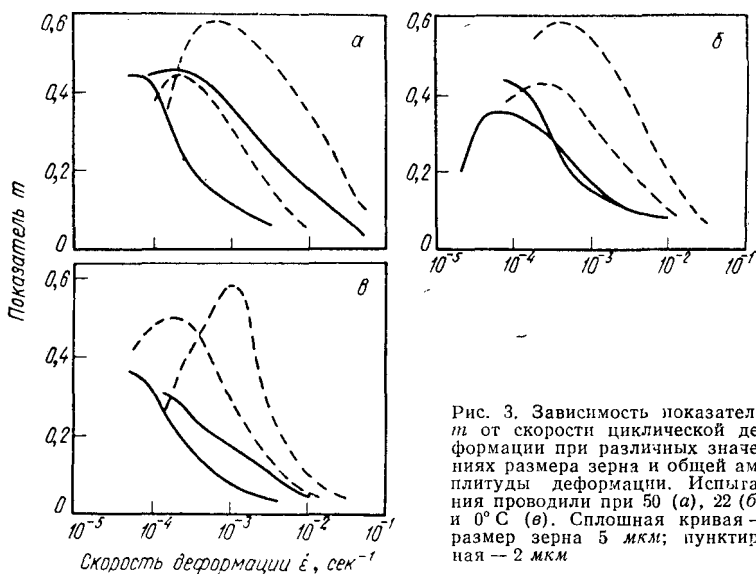


Рис. 2. Зависимость пика циклического напряжения от пика скорости циклической деформации при различных значениях размера зерна и общей амплитуды деформации. Испытания проводили при 50 (а), 22 (б) и 0° С (в). Сплошная кривая — размер зерна 5 мкм, пунктирная — 2 мкм

при $\sigma = \text{const}$ и определение наклона кривых для значений ϵ и σ для данной деформации и температуры в сверхпластичной области.

На рис. 4 показана зависимость показателя степени n для контролирующей стадии процесса в функции деформации в сверхпластичной области при 0; 22 и 50° С. Важное фазовое соотношение между напряжением и деформацией было получено при испытаниях на усталость вследствие увеличения и уменьшения величины показателя m . Полагая, как и ранее, синусоидальный цикл деформации образца, получим, что максимальное напряжение в области низких значений показателя m ($m < 0,3$) как при высоких, так и низких скоростях деформации



будет достигаться при максимальной величине деформации (кривая *A* на рис. 5).

Однако в области сверхпластичности, в которой напряжение сильно зависит от скорости деформации, максимальное напряжение будет соответствовать не максимальной деформации, а максимуму на кривых скорости деформации *B* и *C* (рис. 5). Такой переход действительно наблюдали в процессе испытаний. В результате такого поведения материала в сверхпластичной области напряжение равно нулю при максимальной деформации и максимально при $\epsilon = 0$.

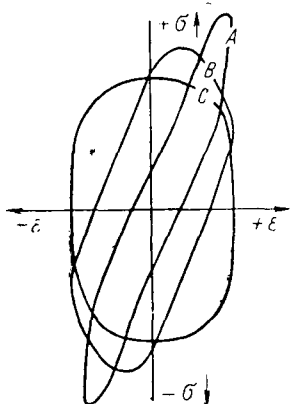


Рис. 5. Схема-диаграмма, характеризующая сдвиг петли гистерезиса при переходе от несверхпластичного (*A*) к сверхпластичному (*C*) поведению

Определена зависимость долговечности от скорости деформации для значений общей деформации 1; 2 и 3%. Результаты испытаний приведены на рис. 6. Кривые экстраполированы к области скоростей деформации, соответствующих пику показателя

m для соответствующих величин размера зерна, температуры и деформации. Из данных, приведенных на рис. 6, видно, что число циклов до разрушения увеличивается

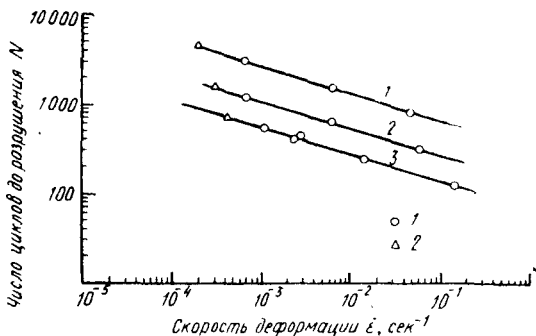


Рис. 6. Зависимость числа циклов до разрушения от скорости циклической пластической деформации при амплитудах общей деформации 1 (*1*); 2 (*2*) и 3% (*3*):

1 — размер зерна около 2 мкм; *2* — экстраполированные значения

более чем на порядок при переходе от области пластического течения, нечувствительной к скорости деформации, к сверхпластичной области. Экстраполяция ниже сверхпластичной области не оправдана, так как при этом поведение материала снова нечувствительно к скорости деформации и сопротивление усталости будет снижаться.

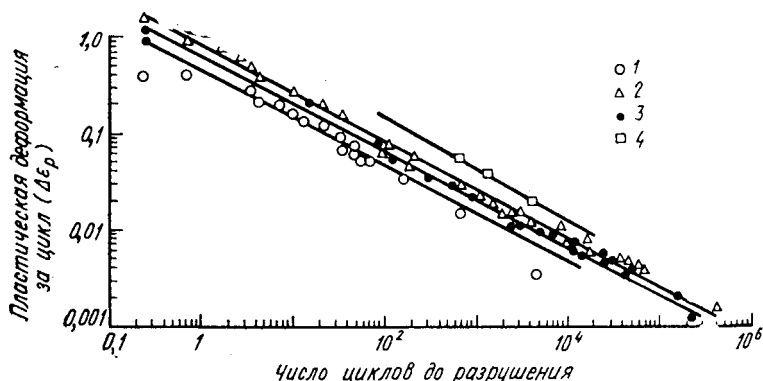


Рис. 7. Сравнение экстраполированных данных по долговечности сверхпластичного сплава Pb-Sn с результатами работы Коффина [5]:

1 — алюминиевый сплав 24 S-T; 2 — алюминий марки 2S; 3 — нержавеющая сталь типа 347; 4 — сверхпластичный эвтектический сплав Pb-Sn

Увеличение числа циклов до разрушения становится особенно ощутимым при сравнении с данными Коффина [55] (рис. 7). Хотя объем имеющихся данных весьма ограничен, общее соотношение Коффина

$$N^{1/2} \Delta \epsilon_p = C$$

подтверждается значительным сдвигом к большему числу циклов до разрушения в определенном интервале пластической деформации.

Обсуждение результатов

Степенной показатель зависимости сверхпластического течения от размера зерна (см. рис. 4) при малых амплитудах деформации и испытаниях при 22°C близок к единице. Это указывает на то, что стадией, контролирующей скорость процесса сверхпластического течения, является скольжение по границам зерен [45, 53, 62]. При увеличении амплитуды деформации величина

показателя n приближается к трем. Это свидетельствует о том, что контролирующим процессом является диффузия по границам зерен по механизму Кобла [47] (см. таблицу). По-видимому, такое поведение является вполне правдоподобным: сдвиг по границам зерен будет происходить, пока требования совместимости не приведут к ограничению дальнейшего скольжения, и контролирующим процессом при этом становится механизм аккомодации.

При увеличении температуры испытаний до 50°C происходит сдвиг кривой зависимости сверхпластического течения от размера зерна к более низким деформациям. При более низких температурах испытаний уровень напряжений при малых амплитудах деформации будет достаточно высоким, чтобы преодолеть любые механические барьеры на границе зерна посредством скольжения по границам зерен.

Одновременно с увеличением температуры испытаний происходит значительное снижение напряжения, необходимого для сверхпластического течения, и при низких уровнях напряжений сдвиг по границам зерен лимитирован сглаживанием механических барьеров посредством диффузии по границам зерен.

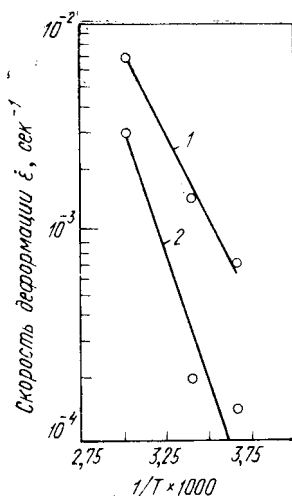
Захром и Бэкофеном [37] подтверждено металлографически проявление указанных механизмов при испытаниях на растяжение сверхпластичного сплава Pb—Sn. Они наблюдали как искривление меток, нанесенных на рабочей части образца, указывающее на скольжение по границам зерен, так и специфичную бороздчатость [36, 37, 56], причиной которой по их предположению является диффузионная ползучесть по границам зерен.

При уменьшении температуры испытаний до 0°C показатель « n » становится постоянным, равным примерно 2,5, независимо от амплитуды деформации. Вполне вероятно, что при этой более низкой температуре испытаний скольжение по границам зерен не является контролирующим механизмом. Значение $n=1/2$ типично для дислокационных механизмов при низких температурах [57—58], а $n=3$ соответствует зависимости для диффузионной ползучести по границам зерен. Однако это положение требует дальнейшего экспериментального подтверждения.

Важно отметить еще раз, что сверхпластичное поведение не обусловлено действием какого-то одного определенного механизма, о чем свидетельствуют различные зависимости вязкого поведения от размера зерна. Однако при больших деформациях и высоких температурах, как видно из предварительных данных по растяжению образцов, диффузия по границам зерен должна быть контролирующим процессом при основном вкладе в деформацию скольжения по границам зерен.

Рис. 8. Кривые для расчета энергии активации процессов, контролирующих скорость деформации

Кривая	$\varepsilon_{\text{общ.}} \%$	$\sigma, \text{ Мн/м}^2$ (кг/мм^2)	$H, \text{ дж/моль}$ (кал/моль)
1	3	21 (2,1)	32,7 (7800)
2	0,5	10,5 (1,05)	50 (12000)



Дальнейшие доказательства справедливости этой модели получены при определении энергии активации. При значении общей деформации 3% величина Q была равна 32,7 кдж/моль (7800 кал/моль) (рис. 8) и эта величина находится в хорошем соответствии с данными для значений самодиффузии по границам зерен, которые для олова равны 40 кдж/моль (9550 кал/моль) [59], а для сплава Pb + [0,9% (по массе)] Sn — 20,65 кдж/моль (4930 кал/моль) [60]. Энергия активации при величине общей деформации 0,5% составляла 50,3 кдж/моль (12 000 кал/моль). Эта величина хорошо согласуется с имеющимися данными [61] для скольжения по границам зерен для высокоугловых границ в бикристаллах свинца — от 29,3 до 58,6 кдж/моль (от 7000 до 14 000 кал/моль) и ниже величины 79,6 кдж/моль (19 000 кал/моль) — для высокоугловых границ в бикристаллах олова [62].

Расчеты для 0,5% ϵ_t , однако, недостоверны, так как при 0°С и при 50°С скольжение по границам зерен не является контролирующим процессом.

Уравнение Кобла (см. таблицу 1) было использовано для определения величины $D_{сд}$ при условии, что скорость диффузионной ползучести эквивалентна скорости приложенной деформации, и по расчетным данным величины $D_{сд}$ для размера зерна 1,83 мкм при 22°С и величине общей деформации 3% оказались равными 1×10^{-10} см²/сек и $0,5 \times 10^{-10}$ см²/сек для олова и свинца, соответственно. Согласно экспериментальным данным коэффициент диффузии по границам зерен при 22°С для олова равен $1,22 \times 10^{-10}$ см²/сек [59], а для сплава Pb+0,9% (по массе) Sn— $6,46 \times 10^{-10}$ см²/сек [60]. Хотя достаточно хорошее соответствие расчетных и экспериментальных данных еще не является доказательством того, что контролирующим механизмом является диффузия по границам зерен, все же оно существенно подтверждает достоверность полученных ранее данных.

Диффузионная ползучесть по границам зерен как конкурирующий механизм сверхпластической деформации оспаривается на том основании, что в этом случае должно происходить удлинение зерен, что обычно не наблюдается экспериментально [3, 25, 27]. Следует, однако, указать, что скольжение по границам зерен, наблюдаемое методом киносъемки, не совпадает с осью растяжения, а происходит хаотично посредством скольжения групп зерен со значительным их вращением. Так как такое скольжение и вращение групп зерен контролируется диффузией по границам зерен, то результатом этого процесса будет сохранение равноосной микроструктуры при интенсивном удлинении образцов.

Установлено, что усталостное разрушение обусловлено действием тех или иных механизмов в очень локализованных объемах [66, 67], тогда как сверхпластичное поведение характеризуется несклонностью к локализованной деформации, что связано с высокой чувствительностью напряжения течения к скорости деформации. Вследствие этого сопротивление усталости сверхпластичного сплава Pb—Sn должно возрастать. Как показано на рис. 5, по мере приближения скорости деформации к сверхпластичной области обычное (несверхпластичное) поведение материала проявляется в мень-

шей степени и все больше приближается к сверхпластичному. В этом случае зарождение трещины на начальных стадиях будет значительно затруднено. При высокой чувствительности напряжения к скорости деформации участки, деформированные с большими скоростями, упрочняются и пластической деформации подвергаются менее прочные участки.

Характер распространения усталостной трещины выяснен недостаточно. Вследствие высокой чувствительности напряжения к скорости деформации рост трещины будет затруднен в большей степени, чем ее зарождение, и напряжение будет максимальным в момент раскрытия трещины и равно нулю при максимальной ее протяженности. Это означает, что напряжение максимально в случае, когда вершина трещины очень острая. Если учесть зависимость сверхпластического течения от размера зерна [38, 68] и высокую скорость деформации у вершины трещины, то не следует ожидать, что рост усталостной трещины будет интенсифицироваться. Такое поведение подтверждено экспериментально: в опытах не обнаружено видимого изменения в морфологии структуры образцов до окончания испытаний на усталость. При появлении поверхностных трещин разрушение образцов происходит очень быстро.

Для чисто вязкого поведения характерна высокая чувствительность напряжения к скорости деформации (см. таблицу). Однако во всех экспериментах показатель $m < 0,5$. Эвери и Стюарт [38] для объяснения этого противоречия предположили, что существует обратное напряжение σ_0 (характеристика твердого тела по Бингхему). Этот термин был введен для объяснения наблюдаемой анизотропии механических свойств образцов вдоль и поперек прокатки. Расчет обратного напряжения сделан при условии, что величина $m = 1$. Показано, что обратное напряжение зависит от температуры, скорости деформации и направления нагружающей силы. Корреляция между обратным напряжением и структурой еще не выяснена, но сделано предположение, что обратное напряжение обусловлено наличием очень стабильной структурной составляющей, морфология которой зависит от процесса предварительной обработки.

Следует отметить, что одно только мелкое зерно еще не обуславливает сверхпластичное поведение сплава.

При высокотемпературной ползучести в металлах обычно создается субструктура с малыми углами разориентации, размер блоков в которой прямо пропорционален температуре испытаний и энергии дефектов упаковки, обратно пропорционален напряжению и скорости деформации и не зависит от размера исходного зерна. Несмотря на то, что такая субструктура достаточно стабильна и размер блоков имеет примерно тот же порядок значений, что и размер зерна у сверхпластичных сплавов, сверхпластической деформации у полигонизованных образцов не выявлено.

Вуд отмечал [65], что в алюминии при уменьшении скорости деформации и увеличении размера субзерен скольжение по границам зерен становится важным фактором только тогда, когда размер субзерен становится равным размеру зерна. Отсутствие сверхпластической деформации, вероятно, обусловлено несоблюдением одного или более перечисленных требований. В любом случае можно сделать вывод о том, что требование мелкозернистой структуры является недостаточным; необходимым условием сверхпластичного поведения будет наличие высокоугловых границ.

Принимая во внимание то, что скольжение и диффузия по границам зерен усилены в областях с большим несоответствием решеток, границы зерен следует рассматривать как эффективные источники и стоки для вакансий. При высокотемпературной ползучести такое поведение границ могло стать опасным, если бы субструктура укрупнялась до величины размера зерна и сверхпластичное поведение стало бы доминирующим процессом. Результатом таких микроструктурных изменений было бы быстрое и непредвиденное снижение напряжения и использование методов экстраполяции данных высокотемпературной ползучести могло бы поэтому привести к аварии конструкций.

Еще на ранней стадии изучения явления сверхпластичности понимали, что его использование позволит облегчить обработку (формоизменение) материала и получать хорошие свойства в готовых изделиях. Дальнейшее изучение показало, что для проявления сверхпластичности необходимы определенные строгие ограничения по скоростям деформации, температурам и составам сплавов, что осложнило в определенной мере

промышленное использование этого явления. Полученные в данной работе результаты дают новую, хотя и ограниченную возможность использования этого особенного поведения материалов для повышения сопротивления малоциклового усталости изделий, работающих в условиях циклической деформации.

Заключение

Эвтектический сплав Pb—Sn выявляет сверхпластичное поведение при испытаниях на усталость при одностороннем циклическом нагружении, близкое к поведению при испытаниях на растяжение.

Сверхпластичное поведение сплавов не является результатом проявления какого-то одного уникального механизма деформации и возможно изменение механизма деформации при изменении условий деформации в данной системе.

В исследованном интервале температур и деформаций, принятом при предварительных испытаниях на растяжение, сверхпластичность обусловлена процессом скольжения по границам зерен, контролируемым зернограницной диффузией.

Долговечность сверхпластичных сплавов при испытаниях на усталость существенно зависит от скорости деформации, и в области высоких значений показателя m можно ожидать повышенное сопротивление усталостному разрушению вследствие затруднения образования усталостной трещины.

Высокоугловые границы являются эффективными источниками и стоками для вакансий и их наличие необходимо для проявления сверхпластичного поведения сплавов.

Список литературы

1. Underwood E. E. J. Metals, 1962, v. 14, p. 914.
2. Backofen W. A., a. o. Trans. ASM, 1964, v. 57, p. 980.
3. Avery D. H., Backofen W. A. Trans. ASM, 1965, v. 58, p. 551.
4. Пресняков А. А., Червякова В. В. Изв. АН СССР, ОТН, 1960, № 5, с. 85.
5. Пресняков А. А., Старикова Г. В. Изв. АН СССР, серия Металлургия и горное дело, 1963, № 4, с. 95.
6. Пресняков А. А., Червякова В. В. ФММ, 1959, т. 8, № 1, с. 114.

7. Sauerwald F. *Archiv. Metallkunde*, 1949, Bd 3, S. 165.
8. Пресняков А. А., Червякова В. В. *Изв. АН СССР, ОТН*, 1958, № 3, с. 120.
9. Пресняков А. А., Червякова В. В. *Труды Института ядерной физики АН КазССР*, 1963, т. 2, с. 30.
10. Пресняков А. А., Старикова Г. В. *Изв. АН СССР, ОТН*, 1960, № 1, с. 75.
11. Старикова Г. В., Пресняков А. А., *ФММ*, 1962, т. 13, № 5, с. 769.
12. Пресняков А. А., Старикова Г. В. *Изв. АН СССР, ОТН*, 1960, № 1, с. 97.
13. Пресняков А. А., Старикова Г. В., *ФММ*, 1961, т. 12, № 6, с. 84.
14. Guard R. W. a. o. *J. Metals*, 1954, v. 200, p. 226.
15. Lee D. *Metals Processing Laboratory, M. I. T., Progress Report No. 6, Bureau of Naval Weapons, NOW 63—0564—d.*
16. Clinard F. W., Sherby O. D. *Acta Met.*, 1964, v. 12, p. 911.
17. Лозинский М. Г., Семенова И. С. *Acta Met.*, 1959, v. 7, p. 709.
18. DeJong M., Rathenau G. W. *Acta Met.*, 1959, v. 7, p. 246.
19. DeJong M., Rathenau G. W. *Acta Met.*, 1961, v. 9, p. 714.
20. Бочвар А. А. *Изв. АН СССР, ОТН*, 1948, № 5, с. 649.
21. Schulze W., Sauerwald F. *Z. Metallkunde*, 1962, Bd 53, S. 660.
22. Пресняков А. А. *Труды Института ядерной физики АН КазССР*, 1959, т. 2, с. 101.
23. Mitbauer H., Sauerwald F. *Z. Metallkunde*, 1952, Bd 42, S. 244.
24. Pearson C. E. *J. Inst. Metals*, 1934, v. 54, p. 111.
25. Cline H. E., Alden T. H. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 710.
26. Alden T. H. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1966, v. 236, p. 1633.
27. Alden T. H. *Acta Met.*, 1967, v. 15, p. 469.
28. Alden T. H., Schadler H. W. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 825.
29. Alden T. H. *Trans. ASM*, 1968, v. 61, p. 559.
30. Lee D., Backofen W. A. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 1034.
31. Lee D. *General Electric Report No. 69—C—005*, 1968.
32. Holt D. L., Backofen W. A. *Trans. ASM*, 1966, v. 59, p. 755.
33. Holt D. L. *Trans. Met., Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 25.
34. Schadler H. W. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 1281.
35. Martin P. J., Backofen W. A. *Trans. ASM*, 1967, v. 60, p. 352.
36. Backofen W. A. a. o. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 329.
37. Zehr S. W., Backofen W. A. *Trans. ASM*, 1968, v. 61, p. 300.
38. Avery D. H., Stuart J. M. *Surfaces and Interfaces II, Physical and Mechanical Properties*, Syracuse University Press, 1968, p. 371.
39. Packer C. M., Sherby O. D. *Trans. ASM*, 1967, v. 60, p. 21.
40. Packer C. M., Johnson R. H., Sherby O. D. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 2485.
41. Chaudhari P. *Acta Met.*, 1967, v. 15, p. 1777.
42. Hayden H. W. a. o. *Trans. ASM*, 1967, v. 60, p. 3.

43. Gifkins R. C. *J. Inst. Metals*, 1967, v. 95, p. 373.
44. Hart E. W. *Acta Met.*, 1967, v. 15, p. 351.
45. Habarro F. R. N. *Proc. Conf. on Strength of Solids*, Phys. Soc. London, Cambridge 1948, p. 75.
46. Herring C. *J. Appl. Phys.*, 1950, v. 21, p. 437.
47. Coble R. L. *J. Appl. Phys.*, 1963, v. 34, p. 1679.
48. Jones R. B., Johnson R. H. *Trans. ASM*, 1966, v. 59, p. 356.
49. Gifkins R. C. *J. Inst. Metals*, 1952—1953, v. 81, p. 417.
50. Gifkins R. C. *J. Austr. Inst. Metals*, 1963, v. 8, p. 148.
51. Gifkins R. C. *J. Inst. Metals*, 1958—1959, v. 87, p. 255.
52. McGregor Tegar W. J. *Elements of Mechanical Metallurgy*, Macmillan Series in Materials Science, Macmillan, 1966, p. 181.
53. Gifkins R. C., Snowden K. U. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1967, v. 239, p. 910.
54. Gifkins R. C., Snowden K. U. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1966, v. 212, p. 916.
55. Coffin L. F. *Internal Stresses and Fatigue in Metals*, Elsevier Publishing Co., 1959, 363.
56. Squires R. L. a. o. *J. Nuclear Mater.*, 1963, v. 8, p. 77.
57. Hall E. O. *Proc. Phys. Soc. London*, v. 64 B, 1951, p. 747.
58. Petch N. J. *JISI*, 1953, v. 174, p. 25.
59. Lange W., Bergner D. *Phys. Stat. Sol.*, 1962, v. 2, p. 1410.
60. Stark J. P., Uptegrove W. R. *Trans. ASM Quart.*, 1966, v. 59, p. 486.
61. Gifkins R. C., *Fracture*, ed. by Auerbach a. o. John Wiley and Sons, 1960, p. 579.
62. Puttick K. E., King R. J. *Inst. Metals*, 1951—1952, v. 80, p. 532.
63. Garofalo F. *Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals*, MacMillan, 1965, p. 111.
64. Sully A. H. *Progress in Metals Physics*, 1956, v. 6, p. 135.
65. Wood W. A. a. o. *J. Inst. Metals*, 1951, v. 79, p. 159.
66. Alden T. H., Backofen W. A. *Acta Met.*, 1961, v. 9, p. 352.
67. Avery D. H., Backofen W. A. *Fracture of Solids*, John Wiley and Sons, 1963, p. 339.
68. Morrison W. B. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, v. 242, p. 2221.

УДК 669.017 : 539.379.4

Прочностные свойства металлов со сверхмелким зерном. Армстронг Р. В. В кн.: Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 11—40.

Дан обзор прочностных свойств металлов и сплавов со сверхмелким зерном. Рассмотрены модели зернограницного упрочнения и разупрочнения в области низких и высоких температур соответственно. Ил. 9. Табл. 1. Список лит.: 79 назв.

УДК 536.421.4 : 542,65 : 669.017.3

Получение сверхмелкозернистой структуры металлов и сплавов при кристаллизации. Коул Г. С., Боллинг Г. Ф. В кн.: Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 41—82.

Дан обзор различных методов получения мелкозернистой структуры металлов и сплавов при затвердевании.

Кратко рассмотрена связь механических свойств литого металла со структурой, образующейся при затвердевании слитка. Ил. 18. Табл. 4. Список лит.: 86 назв.

УДК 539.378.6 : 620.186.8 : 669.017.3

Получение сверхмелкозернистых сплавов методом контролируемого легирования. Абрахамсон Э. П. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 82—89.

Рассмотрено влияние малых добавок легирующих элементов на рост зерен и температуру рекристаллизации сплавов. Показана эффективность легирования для измельчения зерна сплавов. Ил. 6. Список лит.: 16 назв.

УДК 621.762 : 539.378.6

Мелкозернистые металлокерамические металлы и сплавы. Ленел Ф. В. В кн. «Сверхмелкое зерно в металлах». Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 90—101.

Описаны способы получения мелкозернистых металлокерамических металлов и сплавов. Приведены механические свойства металлокерамических материалов со сверхмелким зерном. Табл. 3. Список лит.: 20 назв.

УДК 669.15.'26 : 536.42

Получение мелких когерентных выделений по механизму спинодального распада. Дидье де Фонтейн.

В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 101—135.

Дан краткий обзор спинодального распада в бинарных твердых растворах с критической оценкой теоретических и экспериментальных критериев спинодального распада. Рассмотрены условия получения мелких когерентных выделений при спинодальном распаде. Ил. 21. Список лит.: 41 назв.

УДК 669.14.018.2

Регулирование размера зерна путем термоциклирования. Портер Л. Ф., Дабковски Д. С. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 135—164

Описан способ измельчения первичного аустенитного зерна в сталях, склонных к закалке. Проанализированы факторы, обуславливающие значительное измельчение зерна, и установлена взаимосвязь прочности и ударной вязкости с микроструктурой сталей со сверхмелким зерном. Ил. 14. Табл. 7. Список лит.: 10 назв.

УДК 669.15—194 : 548.53

Рекристаллизация и измельчение зерна. Кейн Р. Х., Грант Н. Дж. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973 с. с. 164—181.

Изучена рекристаллизация железа вакуумной выплавки в температурном интервале горячей обработки. Показано увеличение пластичности в железе с измельчением зерна. Ил. 10. Табл. 1. Список лит.: 10 назв.

УДК 669.017 : 539.379.4

Пластичность сплавов со сверхмелким зерном. Моррисон В. Б., Миллер Р. Л. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 181—205.

Обобщены данные по пластичности сплавов со сверхмелким зерном при испытаниях на растяжение в широком температурном интервале. Рассмотрены факторы, влияющие на пластичность. Ил. 20. Табл. 2. Список лит.: 63 назв.

УДК 539.37/38 : 669.017

Модель деформационного упрочнения для объяснения влияния величины зерна на напряжение течения металлов. Конрад Х. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 206—219.

Рассмотрена зависимость напряжения течения и плотности дислокаций в металлах от величины зерна.

Приведены экспериментальные доказательства справедливости предложенной модели деформационного упрочнения. Ил. 11. Табл. 4. Список лит.: 27 назв.

УДК 539.43 : 669.3 : 620.186.82

Влияние величины зерна на усталость. Пелло Р. М. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 220—232.

Проанализировано влияние величины зерна на поведение материалов при циклическом нагружении.

Показано, что наиболее значительное влияние величина зерна оказывает на свойства материалов с плоскостным характером скольжения, чем с волнообразным. Ил. 6. Табл. 1. Список лит.: 22 назв.

УДК 669.017.3 : 539.42

Межзеренное разрушение. Харт Е. У. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 232—243.

Сделана попытка выявить связь зернограницного проскальзывания с концентрацией напряжений, способных вызвать растрескивание по границам зерен металлов и сплавов.

Высказано предположение о том, что при повышенных температурах границы зерен претерпевают превращение типа упорядочение — разупорядочение. Ил. 5. Список лит.: 6 назв.

УДК 669.1 : 539.375 : 669.781

Роль границ зерен в процессе роста трещин. Герберих В. В., Закей В. Ф., Паркер Е. Р., Портер Д. В кн.: Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 243—275.

Приведен анализ влияния величины зерна на хрупкое внутриверенное разрушение посредством отрыва нелегированных углеродистых сталей и на межзеренное разрушение сплавов Al—Zn.

Предложены критерии для обоих видов разрушения, учитывающие величину зерна материала. Ил. 18. Табл. 1. Список лит.: 30 назв.

УДК 669.285 : 539.37.

Теория диффузионного течения мелкозернистых материалов с неьютоновской вязкостью. Карим А. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 275—300.

Представлены теоретические обоснования и экспериментальные подтверждения процесса диффузионной ползучести и оценен ее вклад в общую деформацию материала в процессе растяжения при повышенных температурах. Ил. 21. Табл. 6. Список лит.: 50 назв.

УДК 669.017.539.52

Современное состояние практического применения сверхпластичности. Хедли Т. Дж., Калиш Д., Андервуд И. И. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 300—329.

Рассмотрено современное состояние практического использования явления сверхпластичности. Описаны способы формоизменения сверхпластичных материалов и обсуждены сверхпластичные сплавы, нашедшие промышленное применение. Ил. 22. Табл. 1. Список лит.: 26 назв.

УДК 669.017 : 621.7 : 539.374

Формирование изделий из листов сверхпластичных мелкозернистых сплавов. Холт Д. Л. В кн. Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 329—347.

Показана возможность использования явления сверхпластичности в технологии формирования изделий из листового материала определенных мелкозернистых сплавов.

Приведены примеры формирования изделий из листов сплава Al—Zn эвтектоидного состава. Ил. 13. Табл. 3. Список лит.: 24 назв.

УДК 669.14.018.292 : 539.214 : 539.4 : 539.374

Железо-хромоникелевые сплавы со структурой «микродуплекс». Гибсон Р. К., Брофи Дж. Х. В кн.: Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 347—363.

Указаны режимы термомеханической обработки некоторых железохромоникелевых сплавов для получения мелкозернистой двухфазной структуры и приведены свойства сплавов с такой структурой при комнатной и повышенных температурах. Ил. 14. Табл. 2. Список лит.: 12 назв.

УДК 669.017 : 539.379.4

Поведение сверхпластичного сплава при циклическом деформировании. Элдрич Дж. В., Эвери Д. Х. В кн.: Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1973, с. 364—381.

Изучено поведение сверхпластичного сплава Pb—Sn при испытаниях на усталость. Анализируются механизмы, контролирующие скорость процесса сверхпластической деформации. Ил. 8. Табл. 1. Список лит.: 68 назв.

СВЕРХМЕЛКОЕ ЗЕРНО В МЕТАЛЛАХ

перевод с английского

В. В. РОМАНЕЕВА, А. А. ГРИГОРЬЯНА

Редактор Э. М. Щербинина
Художественный редактор Д. В. Орлов
Технический редактор Л. В. Добужинская
Корректоры В. В. Левин и Г. Л. Копперойнен
Переплет художника Е. Г. Байтмана

Сдано в набор 26/III 1973 г. Подписано в печать 7/VIII 1973 г.
Формат бумаги 84×108^{1/32} бумага типографская № 2. Усл. печ. л. 20,16
Уч.-изд. л. 21,67. Тираж 3000 экз. Заказ № 200. Изд. 2444. Цена 2 р. 19 к.

Издательство «Металлургия», 119034, Москва, Г-34, 2-й Обыденский пер., 14

Владимирская типография «Союзполиграфпрома»
при Государственном комитете Совета Министров СССР
по делам издательств, полиграфии и книжной торговли

г. Владимир, ул. Победы, д. 18-б.

2015

114

10435



METALTYPE