

Особенности формирования дислокационной субструктуры при ползучести алюминия в условиях приложенного потенциала

О. А. Столбоушкина, С. В. Коновалов, Ю. Ф. Иванов, В. Е. Громов

Методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии проведены исследования дислокационной субструктуры (ДСС) технически чистого алюминия, разрушенного в условиях ползучести. Показано, что деформация при действии электрического потенциала +1 В приводит к ускорению процесса ползучести, что находит отражение в формирующейся ДСС.

Ключевые слова: ползучесть, алюминий, дислокационная субструктура, потенциал.

The investigations of dislocation substructure of technical pure aluminum destroyed under creep condition are carried out by the methods of the transmission electron diffraction microscopy. It is shown that the deformation under the effect of +1 V electric potential leads to the creep process acceleration, being reflected in the dislocation substructure formation.

Kew words: creep, aluminum, dislocation substructure, potential.

Введение

Несмотря на многолетнюю историю исследований процесса ползучести и накопления обширных знаний о нем многие важные аспекты ползучести изучены недостаточно. В частности, не установлены закономерности эволюции дислокационных субструктур в широком диапазоне температур и напряжений. Для прогнозирования поведения материала при эксплуатации под действием статических механических нагрузок весьма существенно изучение накопления дефектов и эволюция дефектной субструктуры. Углубленное изучение этих процессов дает возможность прогнозировать временную зависимость деформации ползучести и, следовательно, скорость ползучести, долговечность при ползучести (то есть срок службы детали или изделия), предельную пластичность при разрушении [1 – 3]. Следует ожидать, что это позволит направленно воздействовать на структуру материала с целью повышения сопротивляемости ползучести при одновременном повышении пластичности при разрушении.

Ранее нами исследовано влияние слабых электрических потенциалов на скорость низкотемператур-

ной ползучести Al и установлено уменьшение долговечности образцов при таком внешнем энергетическом воздействии [4]. Изменение скорости ползучести связывали с изменением плотности поверхностной энергии, как это предполагалось в работе [5].

Цель настоящей работы — анализ ДСС, формирующейся в технически чистом алюминии при ползучести в условиях приложенного потенциала +1 В.

Материал и методика исследования

В качестве материала исследования был использован технически чистый алюминий марки А 85. Исходную структуру материала готовили следующим образом. Цилиндрические образцы деформировали прокаткой при комнатной температуре со степенью деформации ~ 83 % (исходный диаметр ~ 2,76 мм, конечная толщина ~ 0,46 мм, 4 прохода) и отжигали 2 часа при 500°C (охлаждение в печи).

Испытания на ползучесть проводились при 300 К на жесткой универсальной испытательной машине при напряжении $\sigma = 50$ МПа. В процессе деформации с момента приложения нагрузки

непрерывно фиксировали общую деформацию удлинения образца как функцию времени $\epsilon(t)$. Вид кривых ползучести не отличался от приведенных в [1, 4]. В настоящей работе, как и в [4], подведение электрического потенциала +1 В к образцу осуществляли от внешнего стабилизированного источника питания при его электрической изоляции от зажимов испытательной установки. Часть образцов исследовали на ползучесть до степени деформации $\epsilon = 16\%$. При этом половину из них деформировали в условиях приложенного потенциала +1 В. Для второй части образцов определяли ползучесть до разрушения (половина из них разрушалась в условиях ползучести при действии потенциала +1 В).

Исследования структуры образцов осуществляли методами просвечивающей электронной микроскопии фольг на просвет [6]. Параметры структуры материала определяли, используя методы стереологии [7].

Результаты исследования и их обсуждение

Структура исходного состояния

В результате предварительной термомеханической обработки в образцах алюминия была сформирована зеренная структура. Зерна имеют равноосную и неравноосную (~70% зерен) форму, заданную, очевидно, деформационной прокаткой (рис. 1). Вдоль границ и в стыках границ зерен располагаются субзерна (рис. 1), размеры которых изменяются в пределах 0,8 – 1,0 мкм. В объеме зерен выявляются хаотически распределенные дислокации, скалярная плотность которых $\sim 5,5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$.

Результаты механических испытаний

На рис. 2 приведены кривые ползучести технического чистого алюминия, полученные при комнатной температуре в обычных условиях (кривая 1) и при наложении электрического потенциала +1 В (кривая 2). Отчетливо видно, что в обоих случаях реализуются три стадии ползучести — стадия неустановившейся (или затухающей) ползучести (I), стадия установившейся (вторичной, стационарной) ползучести (II) и стадия ускоренной ползучести (III), завершающаяся разрушением образца. При этом в условиях ползучести при действии потенциала +1 В: во-первых, минимальная скорость ползучести достигается за более короткий (в ~1,7 раза) промежуток времени, во-вторых, минимальная скорость ползучести выше в ~1,8 раза и, в-третьих, время до разрушения в ~2 раза меньше.

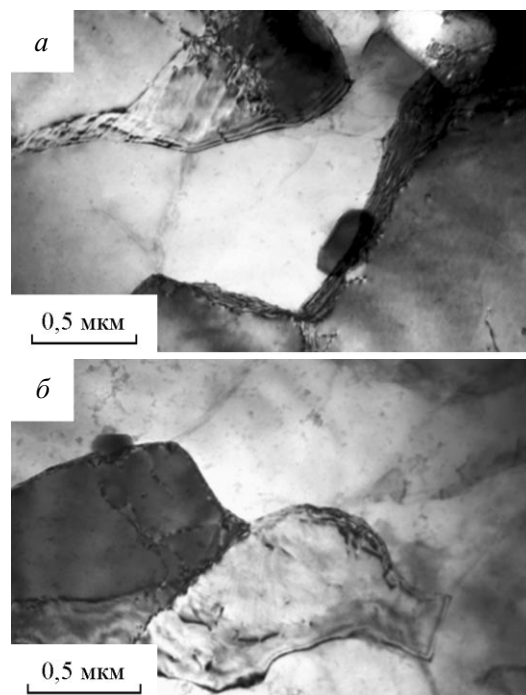


Рис. 1. Электронномикроскопическое изображение структуры технического чистого алюминия, сформированной в результате прокатки ($\epsilon = 0,83$) при комнатной температуре и последующего отжига при температуре 500°C в течение 2 часов.

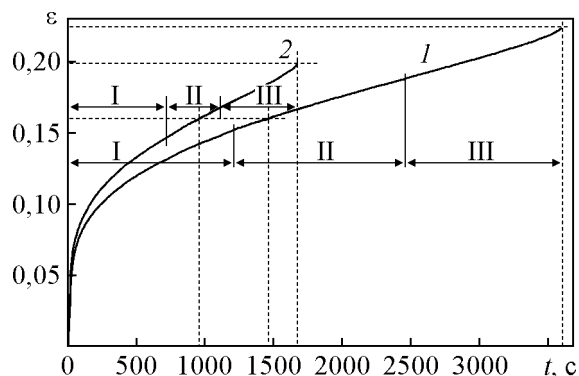


Рис. 2. Кривые ползучести технического чистого алюминия, полученные в обычных условиях (1) и при наложении электрического потенциала +1 В (2).

Дислокационная субструктура, формирующаяся при ползучести

Следует ожидать, что основным механизмом пластической деформации технического чистого алюминия в выбранных условиях испытания является скольжение дислокаций [8]. Ранее установлено [1], что на стадии неустановившейся ползучести эволюция ДСС сопровождается формированием ячеистой и, далее, субзеренной структуры. Как правило,

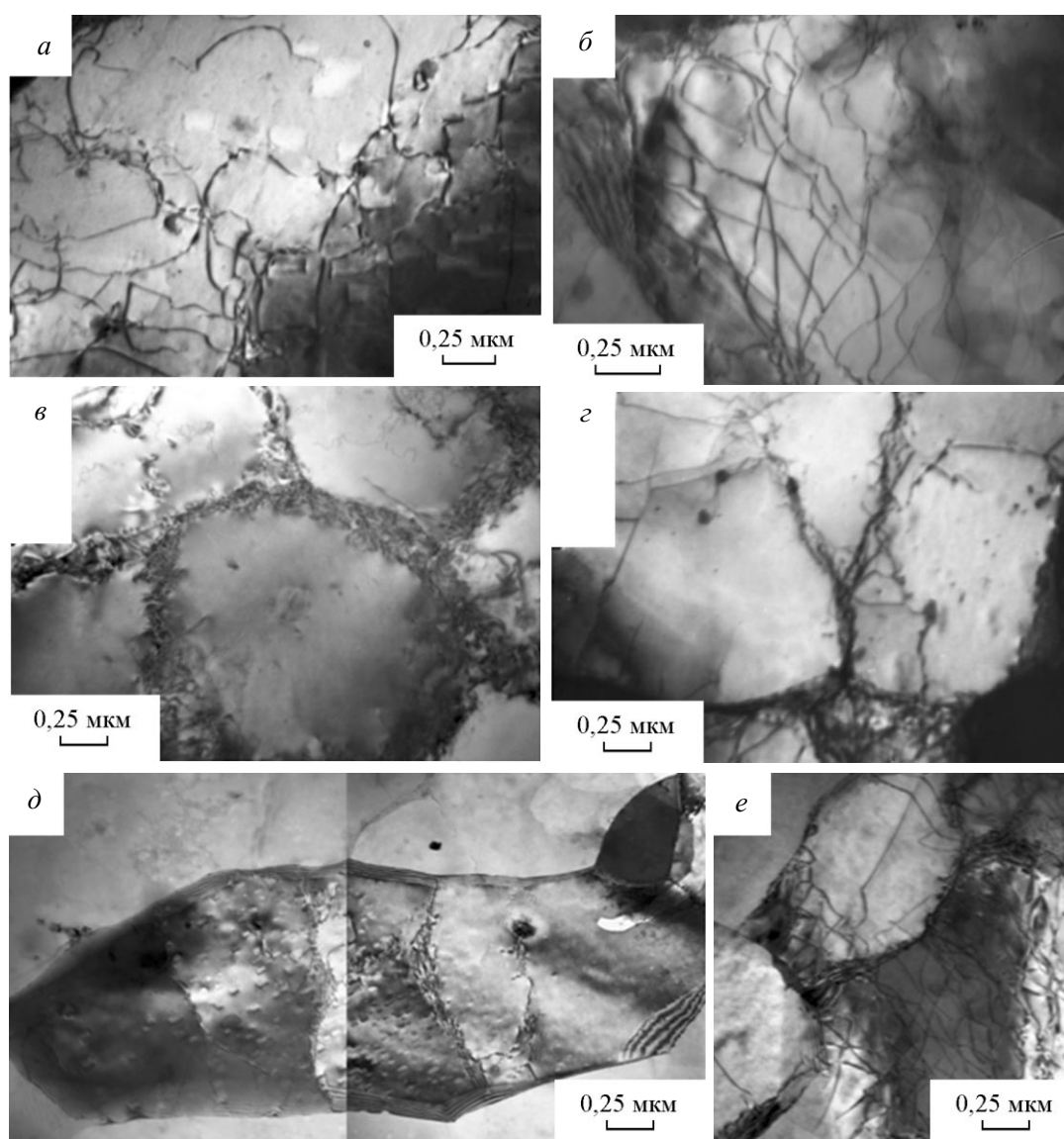


Рис. 3. Электронномикроскопическое изображение структуры технического чистого алюминия, сформировавшейся на стадии развитой ползучести ($\epsilon = 16\%$): *a* – хаос; *б* – сетки; *в* – ячейки; *г* – оборванные субграницы; *д, е* – субзерна.

ДСС на этой стадии крайне неоднородна, что существенно затрудняет ее изучение и измерение ее количественных характеристик. К концу стадии неустановившейся ползучести ДСС до известной степени становится более однородной по объему исследуемого материала. Принято считать, что средний размер субзерен, их разориентация и плотность дислокаций в субзернах в конце первой стадии ползучести достигают значений, которые в дальнейшем на стадии установившейся ползучести больше не изменяются. Внутризеренная структура стационарной ползучести — трехмерная сетка дислокаций либо система субзерен [1]. Затухание

ползучести на первой её стадии является результатом деформационного упрочнения (наклепа). Когда скорости наклепа и возврата становятся одинаковыми, наступает вторая стадия ползучести [3].

Для обеих партий образцов (деформация до $\epsilon = 16\%$ при действии потенциала и без него) деформация соответствовала стадии установившейся (стационарной) ползучести (рис. 2). Исследования показали, что независимо от того, прикладывали к образцу потенциал +1 В или нет, наблюдается зеренно-субзеренная структура. В объеме зерен выявлена разнообразная дислокационная субструктура: хаос, сетки, ячейки, оборванные субграницы (рис. 3).

Характеристики ДСС технически чистого алюминия при ползучести

$\varepsilon, \%$	$\langle \rho \rangle, 10^{10} \text{ см}^{-2}$		$\Delta V, \%$					
	$U = 0 \text{ В}$	$U = +1 \text{ В}$	$U = 0 \text{ В}$			$U = +1 \text{ В}$		
			хаос	сетки	ячейки	хаос	сетки	ячейки
0		0,55	100	0	0	100	0	0
16	1,05	2,1	50	30	20	16	84	0
21	1,5	1,3	30	70	0	74	26	0

Первые два типа ДСС (хаос, сетки) присутствуют как в зернах, так и в субзернах; ячейки и оборванные субграницы наблюдаются лишь в зернах. В единичных случаях (преимущественно в образце, деформированном при действии потенциала) выявляются дислокационные петли. Субзерна имеют равноосную (рис. 3д) и неравноосную (рис. 3е) форму; размеры субзерен изменяются в пределах 0,6 – 2,5 мкм. Неравноосные зерна часто разделены на отдельные фрагменты малоугловыми границами, расположенными перпендикулярно продольной оси зерна (рис. 3д).

Сопоставляя результаты, полученные при исследовании ДСС алюминия, можно отметить, что при одинаковой степени деформации $\varepsilon = 16 \%$ ползучесть при действии потенциала +1 В привела к формированию несколько иной дислокационной субструктуры, отличающейся от ДСС, формирующейся в алюминии, деформированном в условиях ползучести без потенциала как на качественном, так и на количественном (таблица) уровнях.

Можно отметить, что при действии потенциала +1 В на стадии установившейся ползучести ($\varepsilon = 16 \%$), во-первых, присутствует преимущественно сетчатая

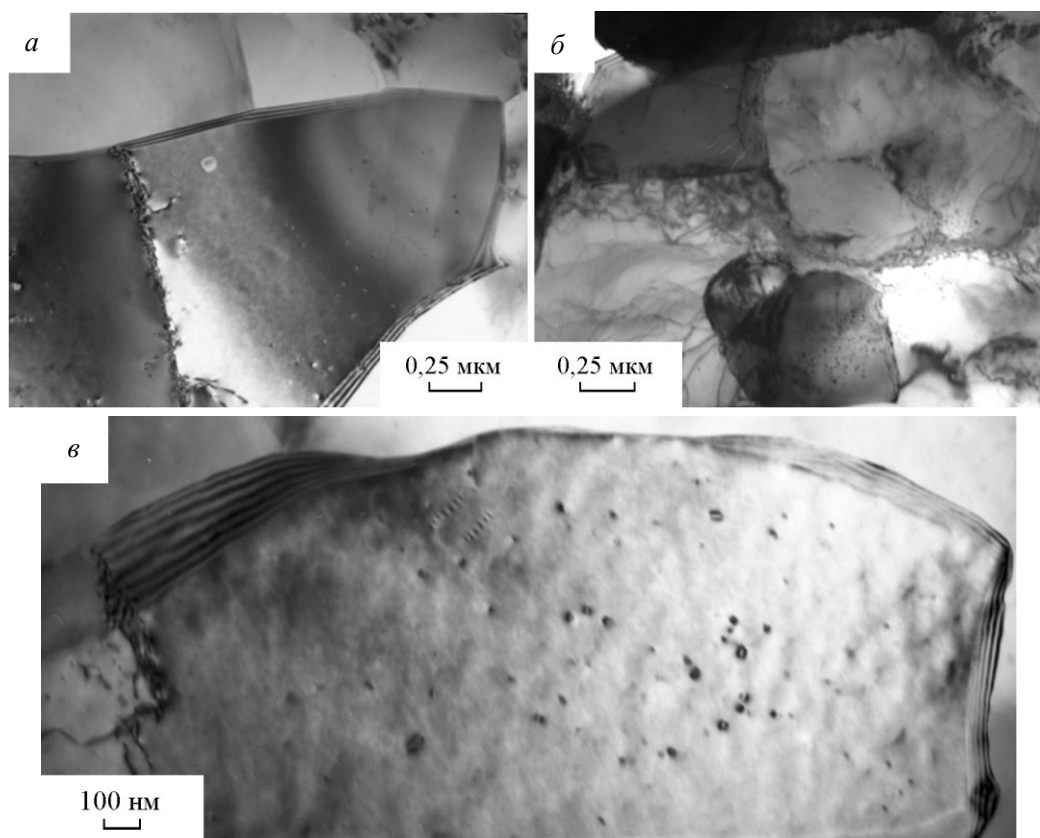


Рис. 4. Электронномикроскопическое изображение структуры технически чистого алюминия, сформировавшейся на стадии ускоренной ползучести в зоне образца, примыкающей к поверхности разрушения: а, б – ползучесть без потенциала; в – ползучесть при действии потенциала

ДСС с объемным содержанием $\Delta V = 84\%$ структуры (в условиях обычной ползучести преобладающей ДСС является структура дислокационного хаоса); во-вторых, отсутствует ячеистая ДСС, объемная доля которой в алюминии, деформированном в условиях обычной ползучести, составляет $\sim 20\%$, в-третьих, скалярная плотность дислокаций (плотность дислокаций, не сосредоточенных в границах ячеек, фрагментов и субзерен) в ~ 2 раза выше, чем в алюминии, деформированном в условиях обычной ползучести, в-четвертых, формирующаяся субзеренная структура характеризуется более узким ($2,2 - 2,5$ мкм), по сравнению с субзеренной структурой алюминия, деформированного в условиях обычной ползучести ($0,6 - 2,5$ мкм), спектром размеров.

Формирование совершенных субзеренных границ при действии потенциала может стать одним из факторов, ускоряющим процесс ползучести при электрическом воздействии.

Образцы алюминия, испытанные в условиях ползучести при действии потенциала $+1$ В, разрушаются после деформации $\epsilon \sim 20\%$; ползучесть в обычных условиях приводит к разрушению при $\epsilon \sim 22,5\%$ (рис. 2). Выполненные исследования тонких фольг показывают, что в объеме материала, примыкающего к поверхности разрушения, формируется, независимо от условий ползучести, зеренно-субзеренная структура. Средние размеры субзерен в образце, разрушенном без действия потенциала, при этом уменьшились в 2,3 раза; в образце, разрушенном при действии потенциала, в 1,9 раза. Одновременно с этим, изменилась степень совершенства границ субзерен. В образце, разрушенном при действии потенциала, $\sim 36\%$ субзерен имеют совершенные границы (границы без дефектов); в образце, разрушенном при обычной ползучести, таких субзерен $\sim 16\%$. Из анализа результатов, приведенных в таблице, следует, что скалярная плотность дислокаций в образце, разрушенном при электрическом воздействии, уменьшилась в 1,6 раза по сравнению с промежуточной ($\epsilon \sim 16\%$) стадией деформации. В это же время разрушение образца при обычных условиях эксперимента сопровождается ростом скалярной плотности дислокаций. Можно предположить, что снижение плотности дислокаций в деформированных при действии потенциала образцах осуществляется путем ухода их на границы зерен и субзерен. Последнее вероятно — один из механизмов перестройки границ субзерен, приводящий к их совершенству, и, как следствие, к ускорению ползучести, что и наблюдается в эксперименте. Анализ дефектной субструктуры разрушенных образцов не выявил в объеме зерен и субзерен присутствия новых дислока-

ционных субструктур. Как и в условиях ползучести на установившейся стадии, в объеме зерен и субзерен разрушенных образцов алюминия (в объеме материала, примыкающего к поверхности разрушения) наблюдаются сетчатая ДСС и субструктура дислокационного хаоса (рис. 4а, б); ячеистая дислокационная субструктура не выявлена. Характерной особенностью дефектной субструктуры объема материала, примыкающего к зоне разрушения, является существенное увеличение плотности дислокационных петель (рис. 4в). При этом в материале, разрушенном при электрическом воздействии, плотность дислокационных петель в $\sim 3,5$ раза выше, чем в материале, разрушенном без потенциала.

Заключение

Выполненные в настоящей работе исследования технически чистого алюминия показали, что в условиях ползучести при действии потенциала $+1$ В (по сравнению с ползучестью без потенциала), во-первых, минимальная скорость ползучести достигается за более короткий (в $\sim 1,7$ раза) промежуток времени, во-вторых, минимальная скорость ползучести выше в $\sim 1,8$ раза и, в-третьих, время до разрушения образца в ~ 2 раза меньше. Вследствие этого, дополнительное наложение потенциала $+1$ В приводит к следующим отличительным особенностям структуры, формирующейся в условиях ползучести:

1. На стадии установившейся ползучести при равной степени деформации ($\epsilon = 16\%$) наложение потенциала, во-первых, приводит к существенно большему (в ~ 2 раза) накоплению скалярной плотности дислокаций, формирующих, преимущественно, сетчатую ДСС (в отсутствии потенциала преобладающей ДСС является дислокационный хаос); во-вторых, сопровождается формированием субзеренной структуры с более узким ($2,2 - 2,5$ мкм), по сравнению с субзеренной структурой алюминия, деформированного в условиях обычной ползучести ($0,6 - 2,5$ мкм), спектром размеров;

2. В объеме материала, прилегающего к зоне разрушения, в образце, разрушенном в условиях ползучести под потенциалом, формирующаяся субзеренная структура характеризуется более совершенными границами, преобладанием структуры дислокационного хаоса и существенным ростом плотности дислокационных петель, по сравнению со структурой зоны разрушения образца, деформированного в условиях ползучести без потенциала.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры"

инновационной России на 2009 – 2013 гг.” (гос. контракт № П411).

Литература

1. Чадек Й. Ползучесть металлических материалов. М.: Мир, 1987, 304 с.
2. Иванова В.С. Разрушение металлов. М.: Metallurgia, 1979, 168 с.
3. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть II. Деформация: Учебник для вузов. М.: МИСИС, 1997, 527 с.
4. Коновалов С.В., Данилов В.И., Зуев Л.Б. и др. О влиянии электрического потенциала на скорость ползучести Al. Физика твердого тела. 2007, т. 49, вып. 8, с. 1389 – 1391.
5. Лихтман В.И., Щукин Е.Д., Ребиндер П.А. Физико-химическая механика металлов. М.: Издательство АН СССР, 1962, 303 с.
6. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М.: Мир, 1968, 574 с.
7. Чернявский К.С. Стереология в металловедении. М.: Metallurgia, 1977, 208 с.
8. Myshlyaev M.M. Basic processes of creep and their investigation in EM. Kristall und Technik, 1979, v. 14, no. 10, p. 1185 – 1196.

Столбоушкина Оксана Андреевна — Сибирский государственный индустриальный университет, аспирантка. Область научных интересов – ползучесть металлов и сплавов в условиях внешних энергетических воздействий.

Коновалов Сергей Валерьевич — Сибирский государственный индустриальный университет, кандидат технических наук, доцент. Специалист в области физики конденсированного состояния, физики прочности и пластичности материалов в условиях внешних энергетических воздействий. E-mail: konovalov@physics.sibsiu.ru, konovserg@gmail.com

Иванов Юрий Федорович — Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (г. Томск), профессор, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник. Специалист в области физического материаловедения, физика прочности и пластичности материалов в условиях внешних энергетических воздействий, модификации неорганических материалов пучками заряженных частиц и потоками плазмы. E-mail: yufi@mail2000.ru.

Громов Виктор Евгеньевич — Сибирский государственный индустриальный университет, профессор, доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой. Специалист в области физического материаловедения, физики прочности и пластичности материалов в условиях внешних энергетических воздействий. E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru.