

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACS numbers: 62.20.fq, 62.20.Hg, 62.40.+i, 81.40.Cd, 81.40.Jj, 81.40.Lm, 83.10.Tv

Структурно-фазовая релаксация в сверхпластичном эвтектическом сплаве Sn–38% вес. Pb

В. Ф. Коршак, Ю. А. Шаповалов*, Н. Н. Васеленко

*Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина,
физический факультет,
пл. Свободы, 4,
61022 Харьков, Украина*

**Харьковский национальный университет городского хозяйства
им. А. Н. Бекетова,
кафедра физики,
ул. Революции, 12,
61002 Харьков, Украина*

Выполнены исследования процессов релаксации внутренних напряжений в сверхпластичном эвтектическом сплаве Sn–38% вес. Pb в процессе выдержки при комнатной температуре. На основании данных об изменении линейных размеров образцов сделан вывод о том, что величина этих напряжений, как минимум, превосходит предел текучести материала при комнатной температуре, и эти напряжения сохраняются в материале в течение достаточно продолжительного времени. В качестве одной из главных причин наличия внутренних напряжений рассматривается метастабильность фазового состояния сплава. Установлено, что оптимальное для проявления эффекта сверхпластичности напряжение и наблюдающееся при этом удлинение до разрушения существенно изменяются в процессе естественного старения сплава и в результате предварительного отжига при температуре $\cong 70^\circ\text{C}$. Это свидетельствует о зависимости сверх-

Corresponding author: Yurii Alexeevich Shapovalov
E-mail: Yuriy.Shapovalov@kname.edu.ua

*V. N. Karazin Kharkiv National University, Department of Physics,
4 Svobody Sq., 61022 Kharkiv, Ukraine*

**O. M. Beketov National University of Urban Economy in Kharkiv, Chair of Physics,
12 Revolyutsii Str., 61002 Kharkiv, Ukraine*

V. F. Korshak, Yu. A. Shapovalov, and N. N. Vaselenko,
Structural and Phase Relaxation in Superplastic Eutectic Alloy Sn–38% wt. Pb,
Metallofiz. Noveishie Tekhnol., 37, No. 12: 1633–1642 (2015) (in Russian).

пластических свойств, в частности, от уровня внутренних напряжений в материале.

Ключевые слова: внутренние напряжения, релаксация, эвтектический сплав, сверхпластичность, ползучесть, неравновесность фазового состояния.

Виконано дослідження процесів релаксації внутрішніх напружень у надпластичному евтектичному стопі Sn–38% мас. Pb у процесі витримки за кімнатної температури. На основі даних про зміну лінійних розмірів зразків зроблено висновок про те, що величина цих напружень, як мінімум, перевищує границю плинності матеріалу за кімнатної температури, і ці напруження зберігаються в матеріалі протягом достатньо тривалого часу. Як одна з головних причин наявності внутрішніх напружень, розглядається метастабільність фазового стану стопу. Встановлено, що оптимальне для виявлення ефекту надпластичності напруження та спостережуване при цьому видовження до зруйнування істотно змінюються упродовж природнього старіння стопу і в результаті попереднього відпалу за температури $\cong 70^\circ\text{C}$. Це свідчить про залежність надпластичних властивостей, зокрема, від рівня внутрішніх напружень у матеріалі.

Ключові слова: внутрішні напруження, релаксація, евтектичний стоп, надпластичність, плазучість, нерівноважність фазового стану.

The investigation of processes of internal-stress relaxation in superplastic eutectic alloy Sn-38wt.%Pb during ageing at room temperature is performed. The conclusion that the stress level is, at least, higher than yield stress of the material at room temperature is made on the ground of data of linear-sizes' changes. These internal stresses remain in the material during sufficiently long term. The metastability of phase state of the alloy is considered as one of the main reason of internal-stress presence in the system. As found, both the optimal stress for superplasticity effect revealing and the observed elongation to failure are changing significantly during natural aging process of the alloy and because of preliminary annealing at $\cong 70^\circ\text{C}$. This is the evidence of dependence of superplastic properties, in particular, on the internal-stress level in the material.

Key words: internal stress, relaxation, eutectic alloy, superplasticity, creep, phase state nonequilibrium.

(Получено 26 августа 2015 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Сплав Sn–38% вес. Pb широко используют в качестве модельного объекта при изучении физической природы эффекта сверхпластичности. В литом сплаве, полученном в условиях быстрой кристаллизации, а затем подвергнутом предварительной интенсивной деформации, этот эффект достаточно ярко проявляется уже при комнат-

ной температуре [1]. В исследованиях, выполненных ранее [2], показано, что фазовое состояние сплава, формирующееся в условиях кристаллизации, обеспечивающих проявление им сверхпластических (СП) свойств, не соответствует равновесной диаграмме состояния системы Pb–Sn. Таким образом, и на стадии получения, и в процессе предварительной обработки возникают предпосылки для возникновения в сплаве внутренних напряжений. Эти напряжения могут оказывать существенное влияние на механические, в том числе сверхпластические, свойства материала. Однако в литературе информация о внутренних напряжениях в сплавах изучаемого типа и о роли этих напряжений в проявлении эффекта сверхпластичности практически не представлена.

Предварительные данные, указывающие на наличие значительных упругих напряжений в исследуемом СП-сплаве, были получены авторами в работе [2]. При проведении рентгенографических исследований были обнаружены изменения параметров решётки β (Sn)-фазы, свидетельствующие о возникновении таких напряжений в результате сжатия литых образцов на гидравлическом прессе, их релаксации в процессе выдержки сплава при комнатной температуре, а также в условиях СП-течения. Основываясь на этих результатах, а также на отдельно полученных данных, обнаруживающих изменение макроскопических размеров слитков, их деформацию в процессе естественного старения, в настоящей работе проведены систематические исследования процессов релаксации внутренних напряжений в СП-сплаве Sn–38% вес. Pb путём измерения линейных размеров образцов в процессе их выдержки при комнатной температуре. Выполненные ранее эксперименты [3, 4] показывают, что старение сопровождается изменением фазового состояния сплава. Однако даже после достаточно продолжительной выдержки равновесие не достигается. При этом сплав и в длительно состаренном состоянии обнаруживает способность к проявлению эффекта сверхпластичности. Учитывая это, в работе изучено изменение пластических свойств сплава в процессе выдержки при комнатной температуре, а также в результате предварительного отжига в течение ≈ 3 часов при $\approx 70^\circ\text{C}$. Проведённые исследования являются важными для понимания роли внутренних напряжений в возникновении эффекта сверхпластичности.

Сплав получен из химически чистых компонентов сплавлением в лабораторной печи с последующим литьём в лунку с квадратным сечением $25 \times 25 \text{ мм}^2$ и глубиной 5 мм, вырезанную в массивной медной подложке. Температура жидкого расплава в момент разлива составляла около 450°C . Толщина слитков немного превосходила 8 мм. Литые слитки подвергали предварительному сжатию на $\approx 75\%$ на гидравлическом прессе. Измерение длины меток на поверхности слитка проводили с помощью горизонтального компаратора ИЗА-2,

толщину образцов измеряли с помощью микрометра. Погрешность измерения линейных размеров составляет $\pm 0,001$ мм, толщины — $\pm 0,005$ мм.

Механические испытания проведены в условиях ползучести при постоянном приложенном напряжении σ . Температура комнатная. Исходные размеры рабочей части деформируемых образцов были равны $10 \times 2,3 \times 2$ мм³.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунке 1 представлено изменение длины одной из двух взаимно перпендикулярных меток l на поверхности литых образцов в процессе выдержки длительностью t . Метки наносили в центральной части слитка параллельно его боковым граням. Кривая 1 отражает изменение линейных размеров целого слитка. Кривая 2 получена для одной из половинок разрезанного по толщине слитка. Плоскость разреза параллельна боковой грани слитка. Кривые 3, 4 отражают изменение толщины d целого и разрезанного слитков соответственно.

Как следует из полученных данных, старение литых образцов в течение достаточно продолжительного времени сопровождается изменением их линейных размеров. В литом слитке длина обеих меток уменьшается. В разрезанном слитке длинная метка укорачивается, а короткая удлиняется. Наиболее заметная деформация наблюдается на начальных этапах старения сплава. В соответствии с данными рис. 1, относительное уменьшение длины меток достигает 0,15% в результате старения в течение первых 10 суток. Толщина слитка при этом уменьшается на $\cong 0,24\%$. После старения в течение 140 суток зафиксировано относительное изменение продольных размеров целого слитка, составляющее около 0,25%.

Изменение линейных размеров литых образцов является свидетельством того, что структурно-фазовое состояние исследуемого эвтектического сплава Sn–38% вес. Pb, формирующееся при выбранных условиях кристаллизации, характеризуется наличием внутренних напряжений. Полученные экспериментальные данные обнаруживают две особенности этих напряжений, важные с точки зрения цели настоящего исследования. Во-первых, их величина, как минимум, превосходит предел текучести материала при комнатной температуре. Напряжения достаточны для того, чтобы вызвать пластическую деформацию образцов. Во-вторых, несмотря на относительно высокую температуру, при которой выдерживается сплав, релаксация внутренних напряжений протекает очень медленно. Эти напряжения сохраняются в материале в течение достаточно продолжительного времени.

Можно предполагать, что главной причиной наличия внутренних напряжений в литых образцах является метастабильность фа-

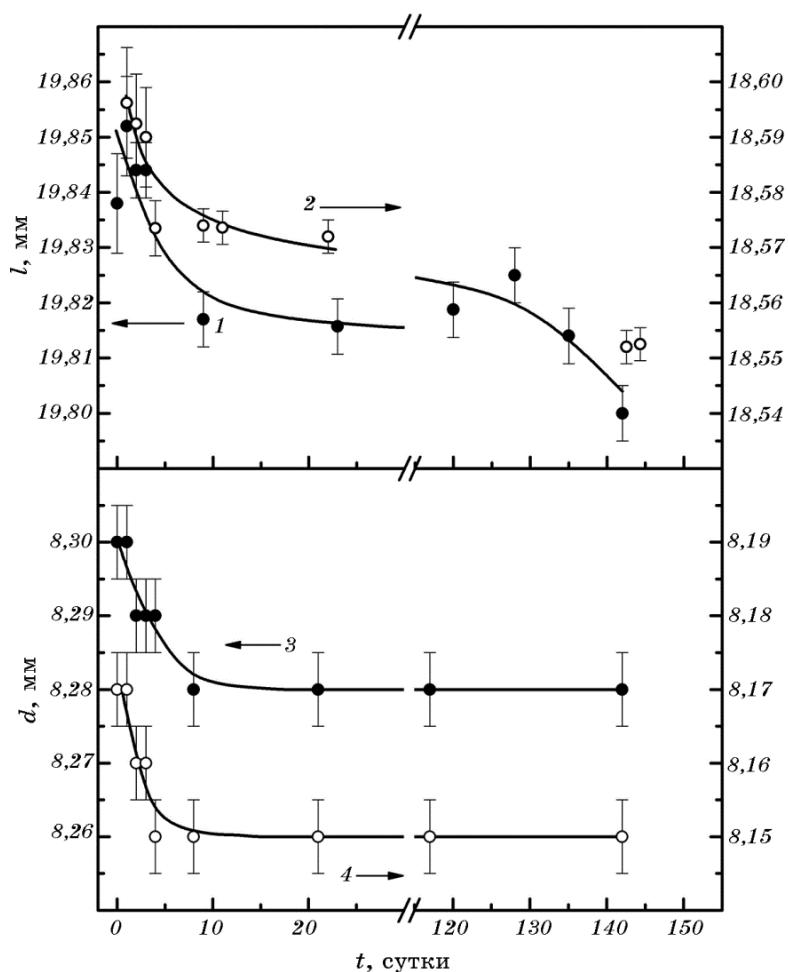


Рис. 1. Изменение длины l продольных меток на поверхности и толщины d литых слитков сплава Sn-38% вес. Pb в процессе выдержки продолжительностью t при комнатной температуре (см. текст).

Fig. 1. The change of both the length l of lengthwise marks on the surface and the thickness d of cast ingots of Sn-38% wt. Pb alloy during ageing of time t at room temperature (see the text).

зогового состояния сплава, которое было изучено ранее [2].

Исследования показывают, что при выбранных условиях неравновесной кристаллизации в образцах фиксируется объёмное соотношение α (Pb)- и β (Sn)-фаз, не соответствующее относительным долям фаз, определяемым равновесной фазовой диаграммой системы олово-свинец. Относительная доля α (Pb)-фазы превосходит её значение, отвечающее равновесному состоянию сплава даже при тем-

пературе эвтектики. Согласно оценке, выполненной в [5], при переходе сплава из состояния, равновесного при эвтектической, к соответствующему состоянию при комнатной температуре относительное уменьшение удельного объёма сплава должно составлять $\cong 0,3\%$. Поэтому можно считать, что наблюдающееся изменение линейных размеров литых слитков удовлетворительным образом согласуется с уменьшением их размеров в связи с ожидаемым постепенным переходом сплава в равновесное состояние в процессе выдержки при комнатной температуре.

Линейные размеры деформированных слитков также изменяются в процессе естественного старения сплава. Зависимость длины l меток на поверхности такого слитка, граничащей с атмосферой (кривая 1) и с подложкой (кривая 2), от продолжительности старения t представлена на рис. 2.

Известно, что в пластически деформированных материалах наблюдается эффект неупругого последдействия. При деформации растяжением он проявляется в неупругом сжатии образцов после разгрузки. Относительно быстрое уменьшение размеров деформированных слитков на начальном этапе выдержки после разгрузки (см. рис. 2) может быть обусловлено, в том числе, и эффектом неупругого последдействия. Изменение же линейных размеров этих

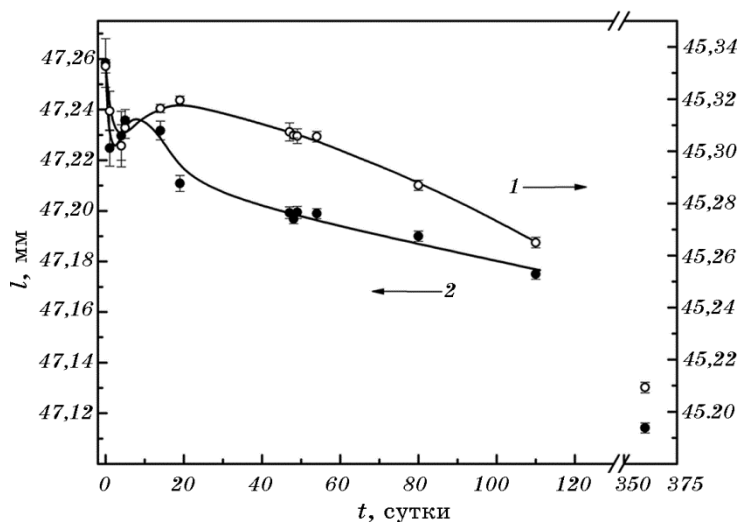


Рис. 2. Изменение длины l продольных меток на разных поверхностях деформированного сжатием слитка сплава Sn-38% вес. Pb в процессе выдержки продолжительностью t при комнатной температуре (см. текст).

Fig. 2. The change of the length l of lengthwise marks on different surfaces of pressed ingots of Sn-38% wt. Pb alloy during ageing of time t at room temperature (see the text).

слитков в течение значительного промежутка времени, как и в случае литых образцов, также следует связывать с изменениями структурно-фазового состояния сплава, а именно с вяло текущим распадом пересыщенных твёрдых растворов на основе компонентов сплава. Данные о протекании такого распада в исследуемом сплаве в процессе его естественного старения были получены и ранее в работе [2]. Достаточно быстрое уменьшение размеров деформированных образцов в течение первых нескольких суток старения, кроме вышесказанного, может быть обусловлено также и стимулирующим влиянием пластической деформации на процессы, происходящие при распаде пересыщенных твёрдых растворов [6].

Релаксация внутренних напряжений, имеющих различную физическую природу, может приводить к немонотонному изменению линейных размеров деформированных слитков, что и наблюдается при проведении измерений (см. рис. 2).

На рисунке 3 представлены графики зависимости максимальных удлинений δ от внешнего приложенного напряжения σ для образ-

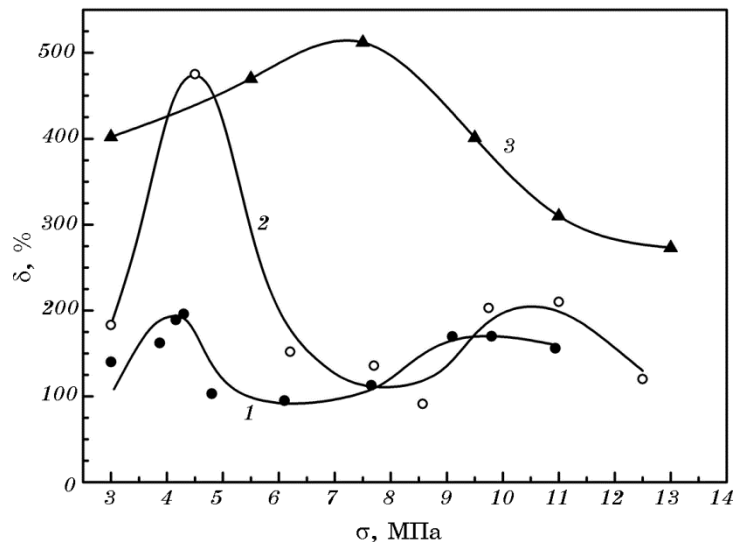


Рис. 3. Зависимость максимальных удлинений δ от внешнего приложенного напряжения σ для образцов сплава Sn–38% вес. Pb после предварительного сжатия на прессе (1), после старения в течение 1,5 месяцев деформированного сжатием слитка (2) и после отжига деформированного сжатием слитка (3).

Fig. 3. The dependence of maximum elongation δ on external applied stress σ for the samples of Sn–38% wt. Pb alloy after preliminary pressing (1), after the 1.5-month ageing of ingot deformed by pressing (2) and after annealing of ingot deformed by pressing (3).

цов изучаемого сплава в различных состояниях.

На кривой зависимости δ от σ образцов, деформированных в условиях ползучести непосредственно после предварительного сжатия, обнаруживаются два максимума удлинений при $\sigma \cong 4,0$ МПа и $\sigma \cong 9,5$ МПа. Максимальные значения δ не превышают 200%.

Естественное старение в течение 1,5 месяцев и непродолжительный отжиг при невысокой температуре предварительно деформированных сжатием образцов приводят к улучшению СП-свойств сплава. В результате старения наблюдается существенное возрастание значений δ в области первого максимума. При этом величина оптимальных σ обнаруживает тенденцию к увеличению.

Отжиг деформированных слитков приводит к более значительному росту δ во всем интервале напряжений. На зависимости δ от σ в этом случае наблюдается один максимум при $\sigma \cong 7,5$ МПа.

Скорость истинной деформации $\dot{\epsilon}$ также изменяется в результате старения и отжига. При одном и том же напряжении с наибольшей скоростью текут свежedefормированные образцы. При значениях σ , соответствующих первому максимуму δ , величина $\dot{\epsilon}$ для них составляет $\cong 2,8 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$. В состаренном состоянии $\dot{\epsilon}$ при таком σ оказывается уменьшенной практически в два раза. Значения $\dot{\epsilon}$ в отожжённых образцах несколько превышает истинную скорость деформации состаренных образцов во всем интервале напряжений.

На основе совместного анализа полученных в настоящей работе данных можно сделать вывод о том, что снятие внутренних напряжений приводит к улучшению СП-свойств сплава. Тем не менее, как показано в [2], в результате сжатия исходных слитков наблюдается уменьшение параметров кристаллической решётки твёрдого раствора на основе олова. В процессе СП-деформации образцов, состаренных после предварительного сжатия в течение приблизительно такого же промежутка времени, как и исследуемые в настоящей работе образцы, объём элементарной ячейки $\beta(\text{Sn})$ -фазы увеличивается. Это указывает на то, что СП-течение в сплаве осуществляется на фоне релаксации внутренних упругих напряжений.

Совместно с вышеприведёнными данными об изменении линейных размеров в процессе естественного старения, это может свидетельствовать о том, что к наблюдаемому улучшению пластических свойств сплава приводит, главным образом, исчезновение концентраторов внутренних напряжений, являющихся причиной преждевременного разрушения. Определённый же уровень внутренних напряжений в материале при этом остаётся. Как следует из оценок, выполненных в [2], остаточные внутренние напряжения являются значительными по величине и превышают внешние напряжения, при которых наблюдается эффект сверхпластичности. Релаксация этих напряжений в условиях действия внешних растягивающих σ может приводить, в частности, к заметному повышению плотности

дислокаций в связи с активацией дополнительных дислокационных источников Франка–Рида. Это в значительной степени может определять механизмы деформации, которые реализуются в условиях сверхпластичности. Кроме того, внутренние напряжения могут оказывать влияние на кинетику распада пересыщенных твёрдых растворов в условиях СП-деформации. Таким образом, они являются одним из факторов, определяющих возникновение в сплаве структурного состояния, обеспечивающего возможность проявления эффекта сверхпластичности.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Структурно-фазовое состояние эвтектического сплава Sn–38% вес. Pb, обеспечивающее проявление им сверхпластических свойств, характеризуется наличием внутренних напряжений, превосходящих, как минимум, предел текучести материала при комнатной температуре. Остаточные внутренние напряжения сохраняются в сплаве в течение достаточно продолжительного времени. Причинами появления этих напряжений являются, в частности, метастабильность фазового состояния, которое формируется в условиях неравновесной кристаллизации сплава и изменения структуры, обусловленные воздействием внешних напряжений высокого уровня при предварительном деформировании слитков.

Оптимальные для проявления эффекта сверхпластичности условия и показатели сверхпластической деформации существенно изменяются в процессе выдержки сплава при комнатной и в результате предварительного отжига при повышенной температуре. Это свидетельствует о зависимости сверхпластических свойств, в частности, от уровня внутренних напряжений в материале.

Релаксация внутренних напряжений при действии внешней растягивающей нагрузки может приводить, в частности, к заметному повышению плотности дислокаций в связи с активацией дополнительных дислокационных источников Франка–Рида. Это в значительной степени может определять механизмы массопереноса в условиях сверхпластичности. Внутренние напряжения могут также оказывать влияние на кинетику происходящего при этом распада пересыщенных твёрдых растворов. Таким образом, они являются одним из факторов, определяющих возможность возникновения в сплаве структурного состояния, обеспечивающего проявление эффекта сверхпластичности.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. М. В. Грабский, *Структурная сверхпластичность металлов* (Москва:

- Металлургия: 1975).
2. В. Ф. Коршак, Ю. А. Шаповалов, А. Л. Самсоник, П. В. Матейченко, *Физ. мет. металловед.*, **113**, № 2: 201 (2012).
 3. В. Ф. Коршак, Ю. А. Шаповалов, П. В. Матейченко, И. А. Данилина, *Металлофиз. новейшие технол.*, **30**, № 3: 385 (2008).
 4. В. Ф. Коршак, Ю. А. Шаповалов, *Физ. мет. металловед.*, **107**, № 4: 422 (2009).
 5. В. Ф. Коршак, *Пористость мелкозернистых сверхпластичных сплавов* (Автореф. дисс. ... канд. физ.-мат. наук) (Харьков: Харьковский государственный университет им. А. М. Горького: 1986).
 6. Van Bueren and Hendrick Gerard, *Imperfections in Crystals* (Amsterdam: North-Holland Publishing Company: 1960).

REFERENCES

1. M. V. Grabskiy, *Strukturnaya Sverkhplastichnost' Metallov* [Structural Superplasticity of Metals] (Moscow: Metallurgiya: 1975) (in Russian).
2. V. F. Korshak, Yu. A. Shapovalov, A. L. Samsonik, and P. V. Mateichenko, *Phys. Met. Metalloved.*, **113**, No. 2: 190 (2012) (in Russian).
3. V. F. Korshak, Yu. O. Shapovalov, P. V. Mateychenko, and I. A. Danilina *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **30**, No. 3: 385 (2008) (in Russian).
4. V. F. Korshak and Yu. A. Shapovalov, *Phys. Met. Metalloved.*, **107**, No. 4: 394 (2009) (in Russian).
5. V. F. Korshak, *Poristost' Melkozernistykh Sverhplastichnykh Splavov* [Porousity of Fine-Grained Superplastic Alloys] (Autoref. Dis. ... Cand. Phys.-Math. Sci.) (Kharkov: A. M. Gorky Kharkov State University: 1986) (in Russian).
6. Van Bueren and Hendrick Gerard, *Imperfections in Crystals* (North-Holland Publishing Company: 1960).