

ЗМІНА ПАРАМЕТРІВ ДИСЛОКАЦІЙНОЇ СТРУКТУРИ ДИСПЕРСІЙНО-ТВЕРДІЮЧИХ АЛЮМІНІЄВИХ СПЛАВІВ ПІД ВПЛИВОМ ТЕРМОЦИКЛІЧНИХ ОБРОБОК

За допомогою методу внутрішнього тертя досліджено вплив термоциклічних обробок на зміну параметрів дислокаційної структури потрійних алюмінієвих сплавів (Al-Cu-Zn). Розрахована величина температури конденсації насичених дислокаційних атмосфер, яка визначає ступінь релаксації пружних полів дислокацій і може бути мірою контролю термічної і термомеханічної стабільності.

Using the internal friction method, impact of thermocycling treatment on the variation of parameters of dislocation structure of triple aluminum alloys has been investigated. The value of the condensation temperature for saturated dislocation atmospheres, which determines the level of dislocations elastic fields relaxation and can be a measure to control thermic and thermomechanical stability has been calculated.

Прискорення розвитку економічних видів металопродукції, поліпшення їх техніко-економічних і підвищення міцнісних характеристик потребує пошуку і наукового обґрунтування принципово нових прогресивних технологій обробки металічних матеріалів на основі знання механізмів і кінетики структурних і фазових перетворень, з врахуванням стану кристалічної ґратки, наявності дефектів структури, процесів їх взаємодії і перерозподілу.

Перехід матеріалів із метастабільного у більш термодинамічно рівноважний стан зумовлює прояв на температурних і амплітудних залежностях внутрішнього тертя ряду непружних ефектів. Кількість, температура і характер їх прояву, а також закономірності зміни визначаються природою нестабільності та умовами переходу. Зокрема, в алюмінії та його дисперсійно-твердіючих сплавах у процесі формування і стабілізації зміцнюючої субструктури на температурній залежності внутрішнього тертя проявляються три непружні ефекти [1], обумовлені: взаємодією дислокацій у стінках з точковими дефектами, які дифундують субграницями (220°C); неконсервативним рухом дислокацій у стінках (265°C) і взаємодією окремих дислокацій та їх скупчень всередині полігонів з дислокаціями у малокутових границях (300°C).

Методи формування зміцнюючої субструктури в алюмінії та його сплавах різні. У чистому алюмінії сформувати субструктуру вдається шляхом

механіко-термічної обробки. Наприклад, за допомогою деформації на 10% при кімнатній температурі з наступним тривалим відпалом при 450°C (рис. 1, крива 1). Проте застосування такої обробки до технічного алюмінію не зумовлює формування субструктури (рис. 1, крива 2). Атоми міді й цинку, а також комплекси домішок, що містяться у технічному алюмінії, утруднюють формування й еволюцію субструктури. Субструктуру можна сформувати, підвищивши температуру до 630°C і збільшивши тривалість полігонізаційного відпалу у 16-32 рази. Отже, дислокації заблоковані домішковими атомами і тільки тривалий відпал при підвищених температурах приводить до їхнього перерозподілу у субграниці. Методом МТО неможливо сформувати субструктуру в дисперсійно-твердіючих сплавах, де дислокації заблоковані домішковими атомами, зонами Гінґе-Престона та дисперсними фазами.

Формування субструктури в таких матеріалах вдається здійснити шляхом багаторазового термоциклювання (рис. 1, крива 3), а особливо термоциклюванням у полях зовнішніх напружень. Так термоциклювання сплаву Al-Cu-Zn впродовж 35 разів обумовлює формування субструктури з найкращим проявленням ефекту С (рис. 2). Ще кращого ефекту вдається досягнути приклавши при термоциклюванні до зразка розтягуючі навантаження $0,2 \sigma_{0,2}$. Субструктурні ефекти при цьому проявляються при удвічі меншій кількості термоциклів.

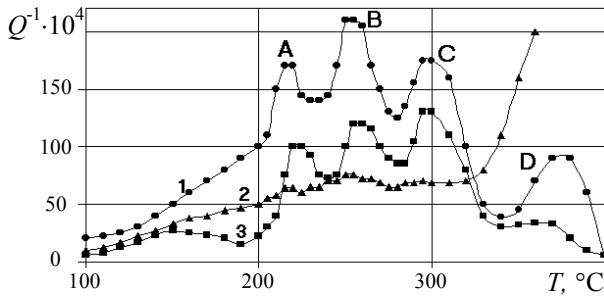


Рис. 1. Температурна залежність внутрішнього тертя алюмінію. Криві нагрівання за вирахуванням фону після деформації розтягу на 10% при 20°C і 32 годин відпалу при 450°C (1), технічний алюміній АД1 після розтягу на 10% при 20°C і 32 годин відпалу при 450°C (2), технічний алюміній АД1 після 36 термоциклів в інтервалі температур 500-20°C (3).

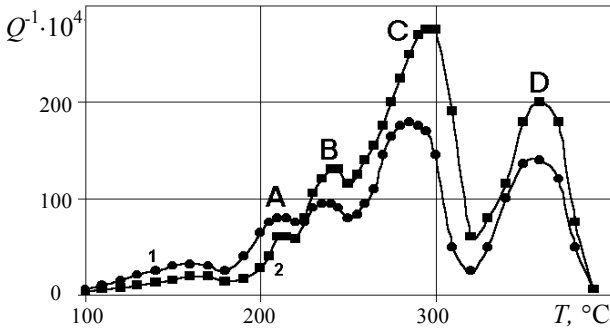


Рис. 2. Температурна залежність внутрішнього тертя сплаву Al-4%Cu-6%Zn за вирахуванням фону після 35 термоциклів від 500 до 20°C (1), після 16 термоциклів від 500 до 20°C під навантаженням $0,2\sigma_{0,2}$ (2).

З метою підтвердження фізичної природи виявлених ефектів був проведений розрахунок температури проявлення ефекту обумовленого переповзанням дислокацій на підставі теорії високотемпературної релаксації дислокацій у субграницях [2]. Час релаксації такого процесу визначається співвідношенням:

$$\tau = \eta / \chi, \quad (1)$$

де η – ефективний коефіцієнт в'язкості, χ – квазіпружний коефіцієнт, що дорівнює:

$$\chi = \frac{\mu b^2}{Lh}, \quad (2)$$

де μ – модуль зсуву, \vec{b} – вектор Бюргерса, L – віддаль між стінками, h – середня відстань між дислокаціями у стінках.

На підставі (1)-(2) отримуємо:

$$Lh = \frac{\mu b^2}{2\pi\nu\eta}, \quad (3)$$

де ν – частота коливань.

Розраховане значення $Lh=6 \cdot 10^{-9}$ см². Це збіга-

ється з отриманими на підставі рентгенографічних і металографічних досліджень значеннями $L=10^{-3}$ см, $h=10^{-6}$ см.

При відомих L і h можливо розрахувати множник τ_0 [2] при 265°C.

$$\tau_0 = \frac{kT \ln\left(\frac{h}{2\pi r_0}\right)}{5\mu\Omega D_0}. \quad (4)$$

При $D_0=1,7$ см²/с, $\Omega=10^{-23}$ см³ і $\ln(h/(2\pi r_0))=5$ отримаємо $\tau_0=1,4 \cdot 10^{-11}$ с. Звідки із умови отримання максимуму внутрішнього тертя $\omega\tau=1$, де $\tau = \tau_0 \exp(U/(kT))$ знаходимо вираз для визначення температури проявлення ефекту, обумовленого переповзанням дислокацій:

$$T = \frac{U}{k \ln\left(\frac{1}{2\pi\nu\tau_0}\right)}. \quad (5)$$

На підставі цієї формули отримуємо, що температура проявлення релаксаційного ефекту, обумовленого переповзанням дислокацій у субграницях знаходиться в районі 260-300°C. Це добре співпадає з температурою проявлення ефекту *B*, підтверджуючи тим самим його фізичну природу.

Метод ТЦО – це спосіб термообробки заснований на постійному накопиченні від циклу до циклу позитивних змін у структурі металів. При цьому важливою особливістю циклу являється його інтенсивність, відсутність або наявність невеликих витримок при крайніх температурах, а також оптимальний діапазон зміни температури.

На відміну від стандартних методів термообробки (ТО) при ТЦО з'являються додаткові джерела впливу на структуру, які властиві тільки процесу неперервної зміни температури, основними з яких є фазові перетворення, градієнти температури, термічні та міжфазні напруження.

Термоциклічна обробка заснована на багаторазовому протіканні структурних та фазових перетворень. Якщо при звичайних ТО, що включають ізотермічні витримки, структура характеризується початковим та кінцевим станами, то при ТЦО структура перед кожним новим циклом різна, що впливає на умови протікання наступних фазових перетворень, їх механізм і кінетику. При цьому за рахунок накопичення структурних змін матеріал може отримувати таку структуру, яка не може бути реалізована при звичайних видах ТО [3].

Отже, пропонується створювати у сплавах

високу густину дислокацій за допомогою високо-температурної термоциклічної обробки (ВТЦО). За допомогою термічної активації в полях зовнішніх напружень (ПЗН) пропонується перерозподіляти дислокації у субграниці.

Збільшення термічної і термомеханічної стабільності отриманого висококоміцного стану досягається в основному закріпленням високоенергетичних дефектів шляхом взаємодії їх з розчиненими атомами, або шляхом блокування у спеціальних дислокаційних конфігураціях. Стійкість дислокаційних конфігурацій, як відомо [4], визначається перед усім тим, наскільки у мікроструктурі металу зрівноважені поля далекодіючих напружень. Найбільшою стійкістю в цьому розумінні характеризуються дислокації, зв'язані у субграниці, заблоковані розчиненими атомами і сегрегаціями; проміжне положення займають дислокації у тривимірній сітці, які взаємодіють з точковими дефектами або частинками дисперсної фази.

Отже, для забезпечення термічної та термомеханічної стабільності необхідне ефективне блокування дислокацій, яке здійснюється шляхом багаторазових низькотемпературних термоциклічних обробок (НТЦО) в полі зовнішніх напружень.

Що стосується ступеня релаксації поля дислокацій, то його можна контролювати за величиною температури конденсації T_c насичених дислокаційних атмосфер. Температура конденсації є температурою, при якій змінюється ступінь релаксації поля дислокації пружними полями домішкових атомів. Вона визначається відомим виразом:

$$T_c = \frac{\Delta U}{\Delta S^v + k \ln(C/C_0)}, \quad (6)$$

де ΔU і ΔS^v – енергія та вібраційна ентропія зв'язку домішковий атом – дислокація, C і C_0 – концентрації домішок на дислокації і в матриці.

При врахуванні коливної ентропії атомів [5], температура конденсації дорівнює:

$$T_c = A(r_c^{-1} - BC_0), \quad (7)$$

де A – котрелівська енергія зв'язку, поділена на сталу Больцмана, $B = \frac{6\pi(1-\nu)}{(1-2\nu)b}$, ε , ε – деформація

матриці домішковим атомом на віддалі r_c від дислокації.

Експериментально температура конденсації визначається за початком температурної залежності першої критичної амплітуди деформації.

Неосновний центр закріплення дислокації складається з деякої кількості атомів, що знаходяться у площині, яка перпендикулярна до лінії дислокації. Ці атоми утворюють атмосферу і втримують дислокацію від відриву, тобто:

$$\varepsilon_{кр} = \frac{2 \int_0^{\pi/2} \int_0^{r_c} C(r, \Theta) \Delta U(r, \Theta) r dr d\Theta}{Gb^5}. \quad (8)$$

Момент початку температурної залежності першої критичної амплітуди деформації відповідає виходу деяких периферійних атомів із атмосфери, що приводить до зниження ефекту закріплення. При цьому r_c зменшується. Очевидно, що ефект збільшення атмосфери повинен відбуватися і при температурах менших за T_c , оскільки із зниженням енергії kT радіус r_c буде зменшуватись. Але кількість додаткових атомів і їх внесок в загальну енергію відриву будуть незначними. Енергія зв'язку зменшується із збільшенням віддалі дуже швидко ($\Delta U \sim r^{-1}$), так що фактичне збільшення атмосфери знаходиться за межами чутливості методу внутрішнього тертя (ВТ). Отже, згідно рівнянь (7) та (8) температуру конденсації необхідно розуміти як температуру, поблизу якої зміна радіуса r_c атмосфери змінює першу критичну амплітуду відриву на величину межі чутливості методу внутрішнього тертя.

Матеріалами для дослідження були вибрані дисперсійно-твердіючі сплави (ДТС) на основі алюмінію з домішками цинку (1;6%) і міді (1;4%). У роботі наведені результати досліджень низькочастотного спектру пружної енергії ДТС при їх ТЦО в ПЗН. Високотемпературні термоциклівання проводились в інтервалі температур (510-10) $^{\circ}\text{C}$ із швидкістю нагрівання і охолодження 50 $\text{K}\cdot\text{c}^{-1}$, а низькотемпературні (НТЦО) – в інтервалі температур дисперсійного твердіння (150-10) $^{\circ}\text{C}$ із швидкістю нагрівання та охолодження 20 $\text{K}\cdot\text{c}^{-1}$. Кількість циклів ВТЦО і НТЦО контролювали досягненням мінімальної величини тангенса кута нахилу фону амплітудної залежності внутрішнього тертя.

Величина дисипації пружних коливань – досить чутлива характеристика стану матеріалу і широко використовується для вивчення змін у структурі матеріалу. Тому як основний метод дослідження використано метод внутрішнього тертя, який дозволяє отримувати дані про зміни дислокаційної структури, а також про перерозподіл домішкових атомів при циклічних термічних

обробках. З цією метою вимірювали амплітудні залежності ВТ.

Оскільки формування субструктури у потрійних дисперсійно-твердіючих сплавах вдається здійснити шляхом багаторазового термоциклювання, то важливо знати як термоциклювання впливає на параметри субструктури досліджуваних сплавів. Ці параметри (густина дислокацій, середня довжина дислокації та дислокаційного сегменту) можуть бути визначені із амплітудної залежності внутрішнього тертя певних сплавів.

Очевидно, що ТЦО роблять суттєвий вплив на характер структурних перетворень, викликають накопичення дефектів кристалічної будови, в даному випадку дислокацій. Так, густина дислокацій в процесі ТЦО зростає, особливо після 20-30 ТЦО (рис.3).

Перші 20-30 ТЦО приводять також до росту першої і другої критичних амплітуд деформації (рис.4,5). Перша критична амплітуда деформації для сплаву Al-1%Zn-1%Cu впродовж 20 ТЦО збільшується у 3,5 рази (з $\gamma_{кр1}=2,4 \cdot 10^{-5}$ до $\gamma_{кр1}=8,4 \cdot 10^{-5}$), друга критична амплітуда збільшилась у 2,8 рази (з $\gamma_{кр2}=6 \cdot 10^{-5}$ до $\gamma_{кр2}=17 \cdot 10^{-5}$). Для сплаву Al-2%Zn-4%Cu перша та друга критичні амплітуди деформації аналогічно зростають: $\gamma_{кр1}$ у 3,4 рази ($1,5 \cdot 10^{-5}$ до $6,5 \cdot 10^{-5}$), $\gamma_{кр2}$ у 1,5 (з $6,5 \cdot 10^{-5}$ до $9,8 \cdot 10^{-5}$).

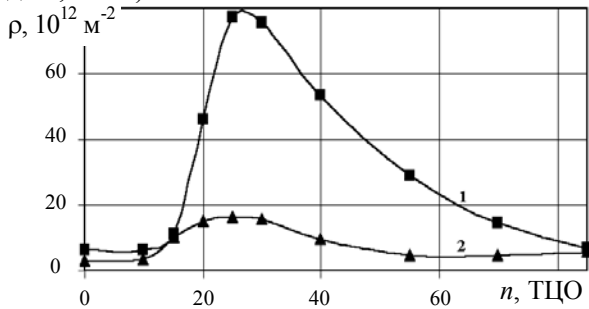


Рис.3. Залежність густини дислокацій від кількості ТЦО для сплавів Al-1%Zn-1%Cu (1) та Al-2%Zn-4%Cu (2).

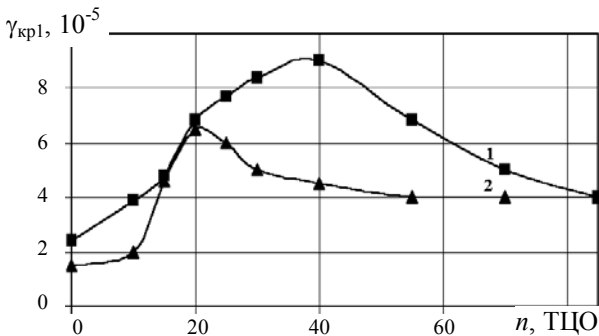


Рис.4. Залежність першої критичної амплітуди деформації $\gamma_{кр1}$ від кількості ТЦО для сплавів Al-1%Zn-1%Cu (1) та Al-2%Zn-4%Cu (2).

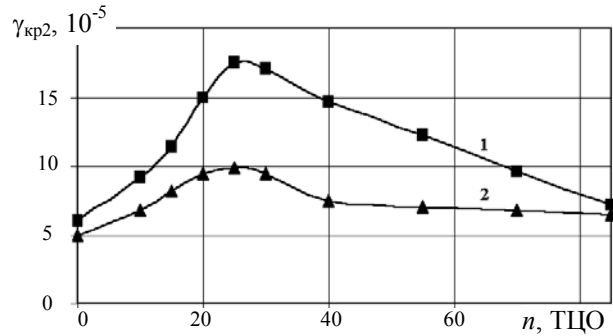


Рис.5. Залежність другої критичної амплітуди деформації $\gamma_{кр2}$ від кількості ТЦО для сплавів Al-1%Zn-1%Cu (1) та Al-2%Zn-4%Cu (2).

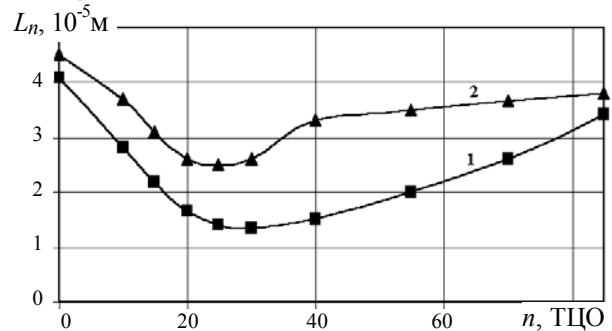


Рис.6. Залежність довжини лінії дислокації L_n від кількості ТЦО для сплавів Al-1%Zn-1%Cu (1) та Al-2%Zn-4%Cu (2).

Це є прямим підтвердженням зміцнення матеріалів при ТЦО, оскільки збільшення $\gamma_{кр2}$ та зменшення тангенса кута нахилу фону АЗВТ відповідають збільшенню величини межі пружності матеріалу.

Отримані результати також свідчать, що ТЦО суттєво впливають на середнє значення довжини лінії дислокації L_n . Мінімальне значення L_n (рис.6) досягається після 30 ТЦО для сплаву Al-1%Zn-1%Cu і 25 ТЦО у випадку сплаву Al-2%Zn-4%Cu. Зменшення L_n обумовлене осіданням на дислокаціях домішок, їх комплексів і дисперсних фаз.

На рис.7,8 приведені АЗВТ сплаву Al-2%Zn-4%Cu при різних температурах після 15 (рис.7а), 20 ТЦО (рис.8а) в області дисперсійного твердіння та залежність критичної амплітуди відриву від температури (рис.7б, 8б), точка перелому якої визначає T_k . Збільшення критичної амплітуди деформації та зменшення фону ВТ при зменшенні температури можна пояснити тим, що при цьому збільшується кількість центрів закріплення дислокацій.

Виявлено, що більш ефективним для зміцнення є ТЦО в ПЗН (див. таблицю 1). Такі термоциклічні обробки приводять до зменшення розміру зерна, збільшення ступеня дисперсності вторинних фаз, сегментації дислокаційних ліній і подрібнення комірок об'ємної дислокаційної сітки.

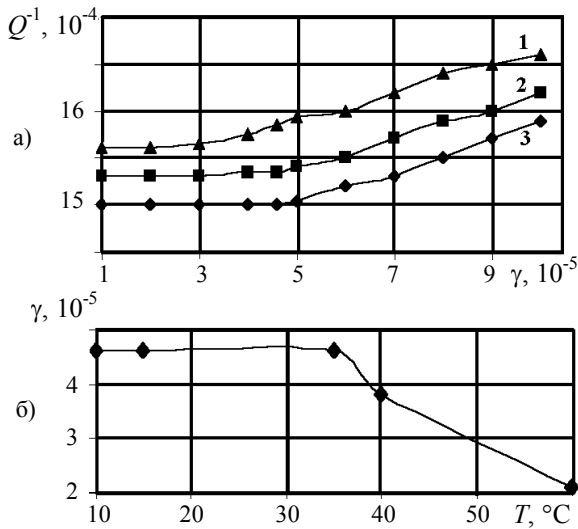


Рис.7. АЗВТ (а) при 52°C (1), 38°C (2), 15°C (3) та залежність другої критичної амплітуди деформації $\gamma_{кр2}$ від температури (б) для сплаву Al-2%Zn-4%Cu (1) та Al-2%Zn-4%Cu (2) після 15 ТЦО.

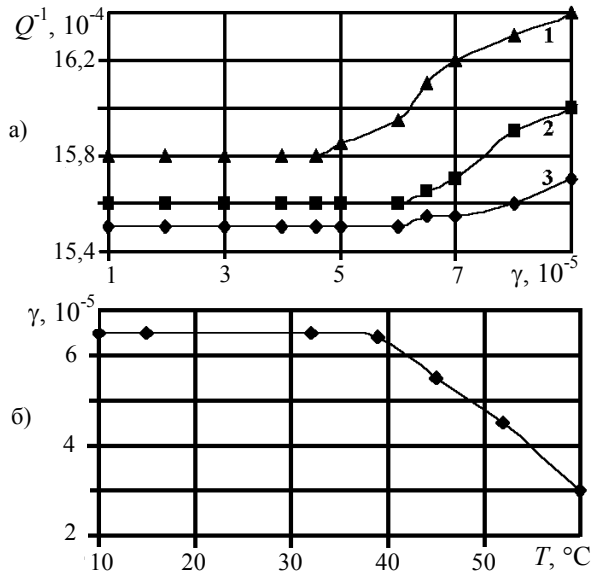


Рис.8. АЗВТ (а) при 52°C (1), 38°C (2), 15°C (3) та залежність другої критичної амплітуди деформації $\gamma_{кр2}$ від температури (б) для сплаву Al-2%Zn-1%Cu (1) та Al-2%Zn-4%Cu (2) після 20 ТЦО.

Таблиця 1. Параметри субструктури та амплітудної залежності внутрішнього тертя від кількості термоциклів і термоциклів у полі зовнішніх напружень для сплаву Al-4%Cu-6%Zn.

Термообробка	Визначена величина	n ТЦО, 0	5	10	20	40	60
ТЦО	$\gamma_{кр2} \cdot 10^5$	6,9	7,1	10,1	12,5	14,1	13,7
	$\text{tg } \theta$	0,72	0,40	0,39	0,38	0,40	0,39
	$\rho \cdot 10^{-12}, \text{ м}^2$	5,04	7,81	8,57	13,52	17,51	16,1
	$L_n \cdot 10^6, \text{ м}$	5,01	3,64	3,48	2,63	2,18	3,08
ТЦО в ПЗН	$\gamma_{кр2} \cdot 10^5$	6,9	7,2	10,4	13,6	14,1	13,4
	$\text{tg } \theta$	0,72	0,33	0,29	0,26	0,23	0,32
	$\rho \cdot 10^{-12}, \text{ м}^2$	5,22	8,59	15,7	18,6	28,07	23,6
	$L_n \cdot 10^6, \text{ м}$	5,48	2,44	1,43	2,02	2,44	2,38

Визначено, що температура конденсації, так само як і густина дислокацій зростає протягом 30-40 ТЦО. При цьому більш повно релаксуються пружні поля дислокацій. Оскільки стійкість дислокаційних конфігурацій визначається насамперед тим, наскільки в мікроструктурі металу зрівноважені поля далекодіючих напружень, то зростання T_k свідчить про формування більш стійкої, рівноважної структури.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ.

1. Зузяк П.М. Явления поглощения энергии в метастабильных системах / Физика твердого тела. – Киев-Донецк: Вища школа, 1988. – Вып. 18. – С.32-40.
2. Даринский Б.М., Федоров Ю.А. Внутреннее трение, обусловленное движением дислокационных стенок // ФММ. – 1970. – 30, вып.6. – С.1279-1286.
3. Федюкин В.К., Смагоринский М.Е. Термоциклическая обработка деталей и машин. – Ленинград: Машиностроение, 1989.
4. Гордиенко Л.К. Субструктурное упрочнение металлов и сплавов. – М.: Наука, 1973.
5. Головин С.А, Троицкий И.В., Устинова Л.А. Температура конденсации дислокационных атмосфер / Взаимодействие дефектов и свойства тел. – Тула, 1976. – С.56.