

УДК 669.725:539.377

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ОБРАЗОВАНИЕ ВСТРОЕННЫХ ЗОН В БЕРИЛЛИИ

**И.И. Папилов, профессор, д.ф.-м.н., А.А. Николаенко, мл. научн. сотр.,
В.С. Шокуров, ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.,
В.А. Шкуропатенко, ст. научн. сотр., к.ф.-м.н.,
ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,
Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий**

Аннотация. Методом прицельной электронно-микроскопической съемки панорам поверхности образцов после различных степеней сверхпластической деформации изучено образование новой разновидности пластического течения – встроенных зон. Образование встроенных зон может быть результатом модифицированного крипа Херринга-Набарро, особенностями которого являются короткие пути между источниками и стоками вакансий, а также ускоренная диффузия по дислокациям.

Ключевые слова: сверхпластичность, пластическая деформация, структура, электронная микроскопия, бериллий.

ВПЛИВ УМОВ ДЕФОРМАЦІЇ НА УТВОРЕННЯ ВБУДОВАНИХ ЗОН У БЕРИЛІЇ

**І.І. Папіров, професор, д.ф.-м.н., А.О. Ніколаєнко, мол. наук. співр., В.С. Шокуров,
ст. наук. співр., к.ф.-м.н., В.А. Шкуропатенко, ст. наук. співр., к.ф.-м.н.,
ННЦ «Харківський фізико-технічний інститут»,
Інститут фізики твердого тіла, матеріалознавства та технологій**

Анотація. Методом прицільної електронно-мікроскопічної зйомки панорам поверхні зразків після різних ступенів надпластичної деформації вивчено утворення нового різновиду пластичної плинності – вбудованих зон. Утворення вбудованих зон може бути результатом модифікованого крипу Херрінга-Набарро, особливостями якого є короткі шляхи між джерелами та стоками вакансій, а також прискорена дифузія по дислокаціях.

Ключові слова: надпластичність, пластична деформація, структура, електронна мікроскопія, берилій.

INFLUENCE OF DEFORMATION CONDITIONS ON GENERATION OF BUILT-IN ZONES IN BERYLLIUM

**I. Papirov, Professor, Doctor of Physical-Mathematical Science, A. Nikolaenko, junior scientific worker, V. Shokurov, senior researcher, Candidate of Physical-Mathematical Science, V. Shkuropatenko, senior researcher, Candidate of Physical-Mathematical Science, NSC «Kharkov Institute of Physics and Technology»,
Institute of Solid State Physic, Materials Science and Technology**

Abstract. There has been studied the generation of a new variety of plastic flow – the built-in zones – in beryllium after different degrees of superplastic deformation. For this purpose there was used the method of aiming electron microscopic shooting of panoramic photos. The generation of built-in zones may be a result of modified Herring-Nabarro creep characterized by short distances between sources and sinks of vacancies, and accelerated diffusion along dislocations.

Key words: superplasticity, plastic deformation, structure, electron microscopy, beryllium.

Введение

Сверхпластическая деформация (СПД) материалов была обнаружена еще в 20-е годы прошлого века [1, 2], однако ранние работы не привлекли широкого внимания исследователей, а сам термин «сверхпластичность» был предложен А.А. Бочваром в 1945 г. [3]. В настоящее время под СПД понимают деформацию материалов в сотни и тысячи процентов, которая наблюдается при температуре $T > 0,5T_{пл}$ при малых напряжениях и практически не сопровождается упрочнением.

Главным структурным условием появления эффекта сверхпластичности является наличие мелкого зерна. Физическая модель явления СПД должна объяснить высокое значение показателя скоростной чувствительности течения (m) при определенных температурах, скорости деформации, размере зерна; величину энергии активации процесса и основные экспериментальные наблюдения: значительное скольжение по границам зерен (СГЗ) и отсутствие субструктуры. Эффект СПД обусловлен характерным сочетанием этих процессов в ультрамелкозернистых материалах.

Интерес к явлению СПД стал быстро возрастать в связи с возможностью его практического применения, например, при получении куполообразных деталей выдувкой газом при небольших давлениях с использованием простого оборудования [4].

Анализ публикаций

Одно из первых объяснений эффекта СПД было предложено А.А. Бочваром [5, 6]. Он же первый пришел к выводу, что в условиях СПД, кроме основного механизма деформации, должен быть и вспомогательный (аккомодирующий) механизм залечивания очагов разрушения при СГЗ. Теоретически необходимость совместного протекания диффузионной ползучести и СГЗ для соблюдения условия сплошности материала при деформации доказана И.М. Лифшицем [7].

Больше всего данных о СПД получено различными исследователями в ходе изучения поверхностного рельефа сверхпластичных образцов. Проверка соответствия поверхностной картины процессам, происходящим в глубине образца, сделана в работах [8–11] на

сплавах с внутренними метками и в работе [12] при непосредственном наблюдении СПД в колонне электронного микроскопа.

В разное время было предложено много моделей СПД. Наиболее соответствующими экспериментальным данным являются, по нашему мнению, модели, предложенные Эшби и Верралом [13] и Джиффкинсом [14].

Цель и постановка задачи

Целью данной работы является обобщение длительных исследований влияния условий деформации на образование встроенных зон (ВЗ), а также их морфологии, условий и механизмов образования. ВЗ – новая разновидность пластического течения, обнаруженная ранее авторами при изучении СПД поликристаллического бериллия [15, 16].

Материал и методика исследований

Объектом наших исследований были образцы из чистого ультрамелкозернистого бериллия с размером зерна 7–10 мкм (оптимальный размер для проявления сверхпластических свойств бериллия), мелко ($d_3=20–40$ мкм) и крупнокристаллического бериллия ($d_3=1–5$ мм), а также монокристаллы. Испытания проводили на растяжение как в условиях ползучести при постоянном напряжении течения при температурах 873°–1173 °К и скоростях установившейся ползучести $10^{-3}–10^{-7}$ с⁻¹, так и в условиях активного растяжения со скоростями деформации $10^{-1}–10^{-3}$ с⁻¹.

Основным методом исследований был анализ изменений в поверхностном рельефе образцов методом прицельной электронной микроскопии. Наблюдение велось на четырех фиксированных участках рабочей части образца (100×100 мкм, более 200 зерен при исходном размере зерна в 7 мкм) после нескольких последовательных стадий его деформации. Для этого готовили двухступенчатые реплики с поверхности образцов на этих участках и с них делали снимки с перекрытием соседних участков, а также стереоснимки наиболее характерных участков по всей поверхности образца. Из полученных снимков формировали фотопанорамы каждого из четырех участков. Таким способом с одного образца снимали до 1000 снимков при пяти последовательных степенях его деформации.

Результаты экспериментов и их обсуждение

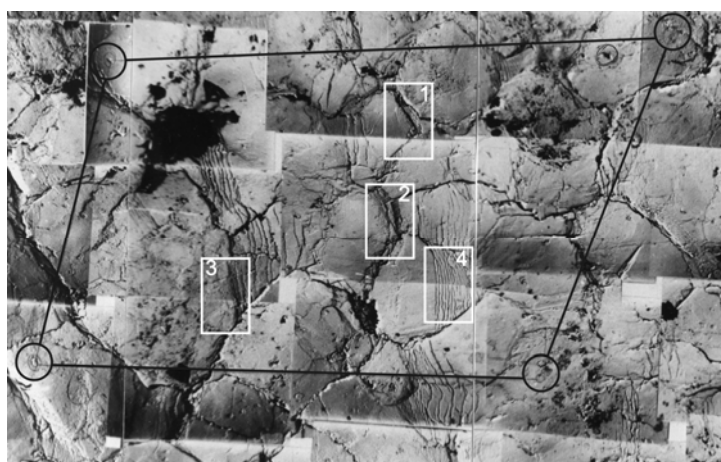
Хотя свидетельства существования некоторых характерных полос на поверхности образцов при высокотемпературной деформации появились еще в шестидесятые годы [17], долгое время было неясно, можно ли считать различные наблюдения, включая и наши, результатом идентичных процессов при СПД металлических материалов. Различные группы исследователей дали таким полосам разные названия: обедненные зоны, полосчатые зоны, деформационные зоны [17, 18], а также предложили различные механизмы их образования и роста (диффузионный крип, диффузионный крип в комплексе либо со скольжением по границам зерен, либо с их миграцией, одновременное скольжение по границам в группе зерен и др.) [19, 20].

Методика стереосъемки на электронном микроскопе, примененная нами, позволила обнаружить исключительное разнообразие

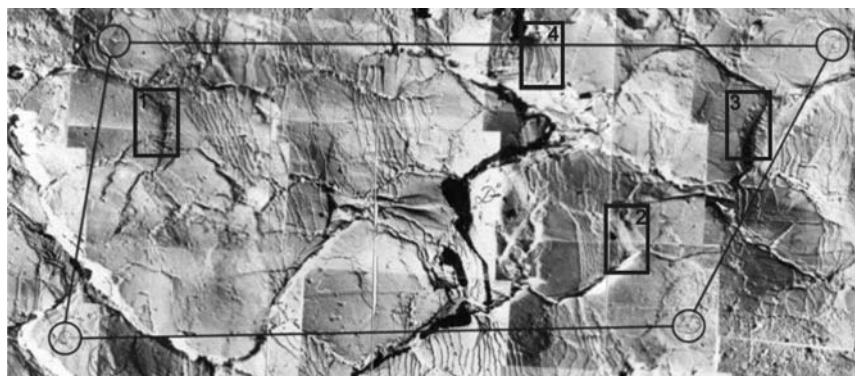
структур и деформационных рельефов на поверхности деформированных образцов, связанное, по-видимому, как с различным типом границ зерен, участвующих в деформации, так и с возможным одновременным протеканием нескольких процессов пластического течения, взаимосвязь которых может изменяться по мере увеличения деформации, накопленной образцами.

В связи с этим появилось две группы задач, требующих однозначного решения: первая – это феноменология явления, т.е. геометрия различных видов зон, их местоположение, связь со структурой материала и условиями деформации, вклад в общую деформацию образца и др.; вторая, к которой можно приступить только после получения ответов на задачи первой группы, – это природа деформационных зон и механизм их образования и роста.

Участок одной из панорам для двух степеней деформации приведен на рис. 1.



а – $\varepsilon=66\%$



б – $\varepsilon=124\%$

Рис. 1. Участок панорамы поверхности бериллиевого образца; линиями соединены идентичные точки на поверхности образца; $\times 5000$

В общем случае структуры деформационных зон при условиях деформации, когда отсутствует консервативное скольжение дислокаций, можно разделить на три группы (рис. 2, 3): – скольжение по границам зерен (СГЗ) в чистом виде (рис. 2, а; зона 1 на рис. 1; стрелка «А» на рис. 3) либо совместно с вторичными процессами (зона 2 на рис. 1); – образование вдоль границ зерен ложбин или каньонов (рис. 2, б; зона 3 на рис. 1; стрелка «Б» на рис. 3); – образование встроенных зон (рис. 2, в; зона 4 на рис. 1; стрелка «В» на рис. 3). Мы дали такое название этому типу деформационного рельефа, т.к. оказалось, что эти зоны – участки вновь встроенного в объем материала, которого не было в данном месте до деформации. Для подтверждения этого факта было проведено большое количество различных экспериментов и измерений.

Примечательно, что на обычных снимках эти различные зоны выглядят, с учетом некоторых различий в контрасте изображений, практически одинаково, однако в стереоизображении различие в их морфологии существенно, как схематически показано на рис. 2.

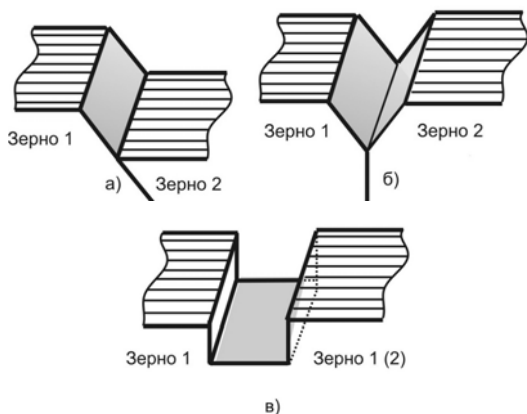
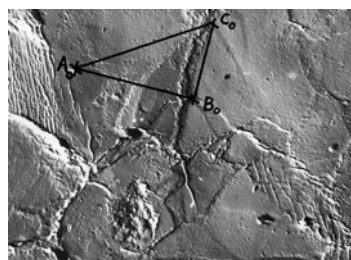


Рис. 2. Морфология различных деформационных зон на стереоснимках: а – чистое СГЗ, б – каньон (ложбина), в – встроенная зона

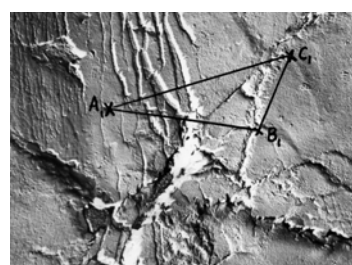


Рис. 3. Структура поверхности образца, $\epsilon=124\%$, $\times 1200$

На рис. 4 приведены снимки участка образца до и после образования на нем ВЗ. Идентичные точки поверхности соединены линиями в виде треугольника. Измерения показывают, что $A_1V_1 = A_0V_0 + \Delta_1$ и $A_1C_1 = A_0C_0 + \Delta_2$, где Δ_1 и Δ_2 – суммарная ширина всех ВЗ, пересекаемых линиями A_1V_1 и A_1C_1 .



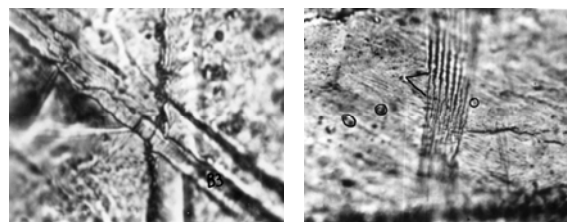
а



б

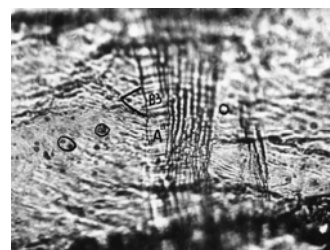
Рис. 4. Образование ВЗ на участке образца: а – $\epsilon=46\%$; б – $\epsilon=66\%$; $\times 3200$, соединены идентичные точки на поверхности образца

Риски и дефекты на поверхности разрезаются встроенной зоной на две части и раздвигаются на расстояние, равное суммарной ширине всех ВЗ на участке – рис. 5.



а

б



в

Рис. 5. а – ВЗ разрезает риску; б – $\epsilon=25\%$, в – широкая ВЗ появилась на участке, $\epsilon=30\%$, $\times 2000$

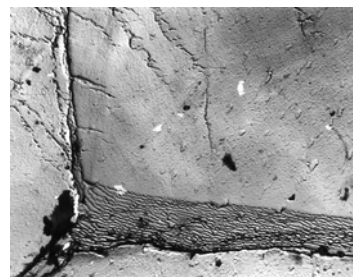
Таким образом, очевидно, что ВЗ – это действительно встроившийся в тело зерна материал, которого не было в данном месте зерна до пластической деформации.

Следующим шагом было изучение скорости роста ВЗ и их вклада в деформацию образца. Обработка большого числа последовательных снимков с фиксированных участков поверхности образца показала, что скорость роста ВЗ была не менее 10^{-4} с^{-1} при скорости установившейся ползучести $(5-17) \times 10^{-6} \text{ с}^{-1}$. Деформация велика и в пределах одного зерна: удлинение отдельного зерна при образовании в нем ВЗ может достигать десятков процентов при общем удлинении образца на 2%. Таким образом, при образовании ВЗ имеет место сильнейшая локализация пластического течения материала. Вместе с тем суммарный вклад ВЗ (в чистом виде, без их участия в комплексных процессах пластического течения) в общую деформацию образца невелик и не превышает 12–15%.

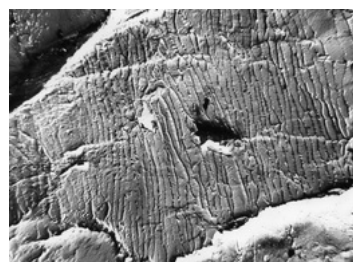
Зависимость ширины ВЗ и места их образования от структуры материала сложная: хотя имеется тенденция к возрастанию ширины ВЗ с увеличением размера зерна материала, есть множество исключений. Вероятной причиной этого может быть зависимость ширины ВЗ от структуры участка материала, на котором они образуются. Наиболее часто ВЗ образуются на границах зерен и вблизи их. На рис. 6, а ВЗ образовывались на границе зерна при ее миграции, фиксируя тем самым различные положения границы зерна во времени. Однако границы зерен не являются единственным местом образования ВЗ, хотя им принадлежит основная роль во вкладе ВЗ в пластичность по сравнению с другими структурными неоднородностями в материале. На рис. 6, б представлены ВЗ, образовавшиеся по всему зерну. Местом образования ВЗ, по-видимому, могут быть двухмерные неоднородности типа малоугловых границ, дислокационных стенок, полос скольжения, расположенных под большими углами к оси растяжения образца. Возможно, ВЗ образуются и непосредственно в процессе скольжения по границам зерен, как элемент процесса скольжения, на что указывают очень сложные стереографические картины отдельных границ зерен после деформации (рис. 6, в).

При изучении влияния условий деформации на образование и развитие ВЗ было установлено, что ВЗ образуются при деформации бериллия в широком температурно-скорост-

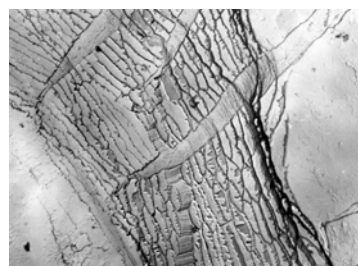
ном интервале: $T > 0,6T_{\text{пл}}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-6}-10^{-1} \text{ с}^{-1}$, однако вероятность их возникновения значительно варьируется в зависимости от условий деформации.



а



б



в

Рис. 6. Образование ВЗ: а – на границе зерна при ее миграции; б – в теле зерна; в – при СГЗ и миграции границ, $\times 3200$

ВЗ не образуются при деформации мелкозернистых образцов ($d_3 = 30 \text{ мкм}$) с постоянной скоростью ($\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$) при $T=873 \text{ К}$ (рис. 7, а), основным видом деформации является СГЗ (стрелки «А»). Явного дислокационного скольжения не видно, хотя на поверхности образцов видны многочисленные «переломы» (стрелки «Б»).

После деформации при $T=973 \text{ К}$ (рис. 7, б) очень тонкие (0,05–0,1 мкм) ВЗ образуют серии полос (стрелка «В») на путях миграции границ, поперечных к оси деформации, а следы СГЗ имеют вид ступенчатых террас; значительное СГЗ наблюдается по продольным границам зерен, где ВЗ нет.

При $T=1073 \text{ К}$ ВЗ проявляются наиболее заметно, их ширина увеличилась до 0,5–2 мкм и изменилась их морфология: во-первых,

границы зон имеют более сложный рельеф и прерывистый характер (рис. 7, в); во-вторых, появляются серии ВЗ, отклоняющихся от нормали к растягивающей нагрузке, вплоть

до параллельного ей направления (рис. 7, г), а также сетки зон в одном зерне (рис. 7, д). При $T=1173$ К указанные тенденции проявляются еще более четко.

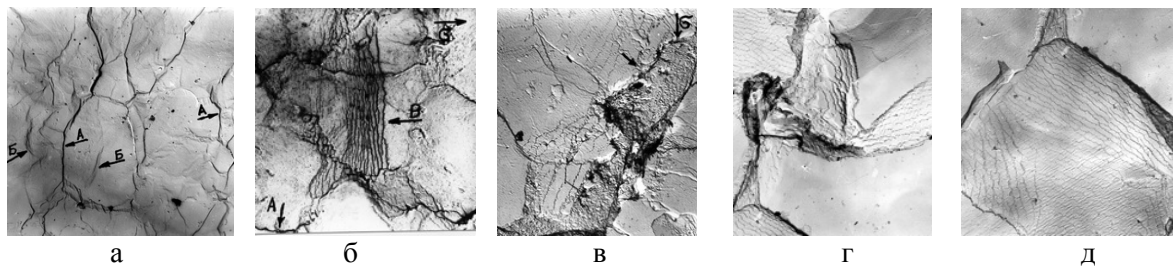


Рис. 7. Поверхностный рельеф после деформации ($\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$) при различных температурах: а – $T=873$ К; б – 973 К; в, г, д – 1073 К, $\times 4000$

Влияние скорости деформации на образование ВЗ было изучено при 1073 К, когда они проявляются наиболее четко. В отличие от температуры, увеличение скорости деформации на два порядка (до $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$) слабо влияет на внешний вид и структуру ВЗ. Существеннее изменяется только вид приграничных областей: вместо чистого СГЗ по поперечным границам появляются широкие области новой поверхности (стрелка «Б» на рис. 8), имеющие характерный шероховатый вид. Суммарная ширина этих участков и ВЗ соответствуют общей деформации участка образца.

Изучение путей массопереноса при образовании ВЗ путем нанесения сеток из линий на поверхность крупнокристаллических образцов показало, что материал переносится в основном как при диффузионной ползучести – от продольных границ зерен к поперечным.

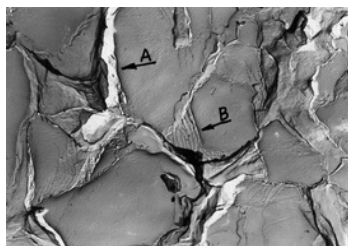


Рис. 8. Структура поверхности: А – СГЗ; Б – новая поверхность; В – встроенная зона; $\times 5000$

Процесс образования ВЗ не является уникальным и свойственным только высококочистому бериллию, имеющему один из самых высоких коэффициентов самодиффузии. Мы наблюдали этот процесс, например, и на сплаве $\text{Zn} - 0,4\% \text{ Al}$ (рис. 9).

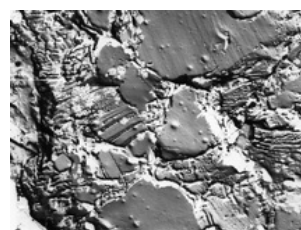


Рис. 9. ВЗ в сплаве $\text{Zn} - 0,4\% \text{ Al}$, $\times 4700$

Наличие пороговой температуры образования ВЗ, совпадающей с началом активного действия диффузионных процессов, рост их ширины с температурой, наличие типично диффузионных путей массопереноса (при отсутствии консервативного скольжения дислокаций) однозначно указывают на диффузионную природу встроенных зон. В отличие от полосчатых или обедненных зон, ВЗ дают вклад в деформацию образца. Предложенная схема образования ВЗ представлена на рис. 10.

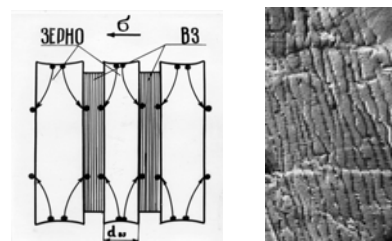


Рис. 10. Схема образования ВЗ и соответствующий участок поверхности, $\times 10000$

Единственным фактом против диффузионной ползучести как механизма образования и роста ВЗ является высокая скорость их роста. Однако это несоответствие легко преодолевается, если вместо размера зерна в уравнение для скорости диффузионной ползучести подставлять среднее расстояние между ВЗ в

зерне. Расчеты показывают, что это дает значение скорости диффузионного массопереноса, близкое к измеренной скорости роста ВЗ.

Выводы

1. Обнаружено, что при высокотемпературной ползучести бериллия в теле зерна и вблизи его границ образуются специфические деформационные рельефы, названные нами встроенными зонами.
2. В широкой температурно-скоростной области исследовано влияние условий деформации и структуры материала на образование и морфологию встроенных зон.
3. Установлено, что встроенные зоны имеют диффузионную природу. Предложен механизм их образования и роста, отличающийся от классического диффузионного крипа Херринга-Набарро укороченными путями массопереноса.

Литература

1. Rosenchaie W. Unusual Eutectic Alloys. / W. Rosenchaie, J.L. Haygton // *J. Inst. Met.*, 1920. – Vol. 23. – P. 261–267.
2. Pearson C. The Viscous Properties of Eutectic Alloys of Lead-Tin and Bithmus-Tin. / C. Pearson // *J. Inst. Met.* – 1934. – Vol. 54. – P. 111–117.
3. Бочвар А.А. Явление сверхпластичности сплава цинк-алюминий / А.А. Бочвар, З.А. Свицерская // *Изв. АН СССР ОТН.* – 1945. – № 9. – С. 821–824.
4. Backofen W.A. Superplasticity in an Zn-Al Alloy // W.A. Backofen, I.R. Turner, D.H. Avery. *Trans. ASM.* – 1964. – Vol. 57. – P. 980–990.
5. Бочвар А.А. О зависимости механических свойств сплавов от их состава и старения / А.А. Бочвар // *Изв. АН СССР ОТН.* – 1946. – №56. – С. 743–752.
6. Бочвар А.А. К вопросу необычно высокой пластичности некоторых сплавов цинка и алюминия / А.А. Бочвар, З.А. Свицерская // *Изв. АН СССР ОТН.* – 1946. – №7. – С. 1001–1004.
7. Лифшиц И.М. К теории диффузно-вязкого течения поликристаллических тел / И.М. Лифшиц // *ЖТФ.* – 1963. – №44. – С. 1349–1367.
8. Ishida Y. Creep of Grain-boundary Sliding in Al-3%Cu Alloy / Y. Ishida, V. Mullendor, N.J. Grant // *Trans. Met. Soc. AIME.* – 1964. – Vol. 230. – P. 1454–1459.
9. Gates R.S. The Measurement of Grain-boundary Sliding in Polycrystals / R.S. Gates, R.N. Stevens // *Met. Trans.* – 1974. – Vol. 5. – P. 505–510.
10. Figeltinger E.H. Comment on: Grain-boundary Sliding in Diffusion Creep / E.H. Figeltinger, R.C. Gifkins // *Scripta Met.* – 1976. – Vol. 10. – P. 161–163.
11. Matsuri K. An Investigation of Structure Variation During Superplasticity / K. Matsuri, H. Morita // *Mater. Sci.* – 1977. – №5. – P. 156–153.
12. Hasiri H. Microstructural Mechanism Relationship in the Zink / Hasiri H., Pearce P. at al. // *Aluminium Eutectoid Superplastic Alloy. Acta Met.* – 1975. – Vol. 23. – P. 489–496.
13. Ashby M.F. Diffusion-Accommodated Flow and Superplasticity / M.F. Ashby, R.A. Verral // *Acta Met.* – 1973. – Vol. 21. – P. 149–160.
14. Gifkins R.C. Grain Rearrangement During Superplastic Deformation / R.C. Gifkins // *J. Mat. Sci.* – 1978. – Vol. 13. – P. 1926–1936.
15. Папилов И.И. Электронно-микроскопическое исследование встроенных зон в бериллии / И.И. Папилов // *Актуальные проблемы прочности: материалы 49-й международной конференции, Киев, 14–18 июня, 2010.*
16. Шокуров В.С. Исследование новой разновидности пластического течения – образование встроенных зон / В.С. Шокуров, И.И. Папилов, Л.А. Корниенко, А.А. Николаенко // *ФММ*, 1980. – 50. – Вып. 2. – С. 397–405.
17. Grain-boundary denuded zones in a magnesium – ½ wt. % zirconium alloy / R.L. Squires, R. T. Weiner, M. Phillips, *J. Nucl. Mater.* – 1963. – Vol. 8. – P. 77–80.
18. Harris J.E. Directional diffusion in magnesium alloys / J.E. Harris, R.B. Jones, *J. Nucl. Mater.* – 1963. – Vol. 10. – P. 360–362.
19. Karim A. Diffusion flow in hydrided Mg-0,5 wt pct Zr alloy / A. Karim, D.L. Holt, W.A. Backofen *Trans. Met. Soc. AIME.* – 1969. – Vol. 245. – P. 2421–2424.
20. Novikov I.I. Analysis of superplastic deformation mechanisms in Zn-22Al alloy on the basis of electron microscopy topographic investigations / I.I. Novikov, V.K. Portnoy, T.E. Terentieva // *Acta Met.* – 1977. – Vol. 25. – P. 1139–1150.

Рецензент: С.С. Дяченко, профессор, д.т.н., ХНАДУ.

Статья поступила в редакцию 11 марта 2013 г.