

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACS numbers: 61.72.Hh, 62.20.fq, 62.20.Hg, 81.40.Lm, 81.40.Np, 83.50.-v, 83.85.Tz

Локальное плавление крупнозернистого сплава Al–4% масс. Ge как причина проявления сверхпластичности

В. В. Брюховецкий, В. П. Пойда*, А. В. Пойда, Ю. В. Коломак,
Р. И. Кузнецова, Н. Н. Жуков**, Каафарани Али Махмуд***

*Институт электрофизики и радиационных технологий НАН Украины,
ул. Чернышевского, 28, а/я 8812,
61002 Харьков, Украина*

**Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина,
пл. Свободы, 4,
61077 Харьков, Украина*

***Национальный аэрокосмический университет им. М. Е. Жуковского
«Харьковский авиационный институт»,
ул. Чкалова, 17,
61070 Харьков, Украина*

****Арабский университет,
ул. Тарик эль Жадиди,
Бейрут, Ливан*

В работе выполнены калориметрические и металлографические исследования зарождения и развития жидкой фазы в крупнозернистом сплаве Al–4% масс. Ge, который проявляет высокотемпературную сверхпластичность. Установлено, что в ходе нагревания образцов сплава Al–4% масс. Ge после прохождения эвтектической температуры в нём происходят фазовые превращения, приводящие к появлению включений жидкой фазы. Показано положительное влияние наличия жидкой фазы на границах зёрен на возможность получения высоких показателей сверхпластичности в образцах сплава.

В роботі виконано калориметричні та металографічні дослідження зародження та розвитку рідкої фази у великозернистому стопі Al–4% мас. Ge, який виявляє високотемпературну надпластичність. Встановлено, що при нагріванні зразків стопу Al–4% мас. Ge після проходження евтектичної температури в ньому відбуваються фазові перетворення, що призводять до появи включень рідкої фази. Показано позитивний вплив наявності рідкої фази на межах зерен на можливість одержання високих показників надпластичності в зразках стопу.

The calorimetric and metallographic investigations of nucleation and growth

of a liquid phase in coarse-grained Al–4 wt.% Ge alloy, which shows high-temperature superplasticity, are carried out. As revealed, during a heating of the Al–4 wt.% Ge alloy specimens, when the eutectic temperature is exceeded, the phase transformations leading to appearance of the liquid-phase inclusions occur in it. The positive influence of a liquid-phase presence on grain boundaries on superplasticity factor is shown.

Ключевые слова: высокотемпературная сверхпластичность, фазовые превращения, жидкая фаза, границы зёрен.

(Получено 21 июня 2011 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

В последние годы довольно широко обсуждается вопрос влияния жидкой фазы на механическое поведение алюминиевых сплавов и композитных материалов на основе алюминия, в частности, на их способность проявлять эффект сверхпластичности [1–5]. В работе [6] было впервые высказано предположение о том, что наличие жидкой фазы на границах зерен может в значительной мере способствовать проявлению алюминиевыми сплавами высокоскоростной сверхпластичности. В [7–9] было показано, что сверхпластичные свойства при обычных скоростях деформации (10^{-3} – 10^{-5} с $^{-1}$) проявляют даже довольно крупнозернистые сплавы, когда в их структуре имеются локальные включения жидкой фазы. В работе [10] приведены результаты наблюдения *in situ* на границах зерен в образцах алюминиевых сплавов жидкой фазы, которая образовалась в результате частичного плавления сплавов при оптимальной температуре их сверхпластической деформации.

Анализ вероятных причин возникновения жидкой фазы, выполненный на основе обработки данных о фазовом составе различных алюминиевых сплавов, проявляющих высокотемпературную сверхпластичность, и изучение диаграмм состояния систем, к которым они принадлежат, показывает, что появление локальных включений жидкой фазы в их образцах может быть связано с плавлением неравновесных эвтектик, осуществлением перитектических реакций, плавлением интерметаллидных включений или локальных участков твердого раствора на основе алюминия, содержащего сегрегацию легирующих элементов.

Ранее в работе [11] была изучена кинетика фазовых превращений, происходящих в образцах сплава Al–4% масс. Ge в условиях сверхпластичного течения, и установлены причины образования жидкой фазы в них. Было установлено, что основным механизмом зарождения и развития жидкой фазы в образцах сплава Al–4% масс. Ge является эффект контактного плавления, осуществляющийся на границе раздела между α -твердым раствором и включе-

ниями германия.

Цель настоящего исследования — установление особенностей влияния развития зернограничной жидкой фазы в сплаве Al-4% масс. Ge в условиях проявления им высокотемпературной сверхпластичности на механизм осуществления сверхпластической деформации в этом сплаве.

2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Сплав Al-4% масс. Ge является двухкомпонентным. Он относится к системе Al-Ge, имеющей простую эвтектическую диаграмму состояния. Ранее о проявлении сверхпластичных свойств этим сплавом сообщалось в работах [11, 12]. Исходными материалами для получения сплава служили Al чистотой 99,99 и Ge чистотой 99,999. Сплавление выполняли в алуновом тиглях на воздухе. Расплав небольшими порциями отливали на массивную медную пластину, охлаждаемую водой при 0°C. Время затвердевания составляло около 2 с. Такие условия литья позволяли получить скорость кристаллизации $\cong 10^2$ град/с, которая оценивалась по расстоянию между вторичными дендритными ветвями. Закристаллизовавшийся сплав закаливали в воду при температуре 273 К, что предотвращает возможность распада твердого раствора за время остывания. Затем слитки подвергались холодному прессованию на 65–70% и 15-минутному отжигу при температуре 573 К. Полученные после такой обработки образцы были довольно крупнозернистыми (средний размер зерна d составлял около 200 мкм) и имели крупные (до 10 мкм) выделения Ge, расположенные преимущественно по границам зерен α -фазы (рис. 1). Такое расположение выделений Ge было следствием ликвации, связанной с быстрой кристаллизацией сплава и последующим распадом и коагуляцией выделений при отжиге.

Методика выполнения механических испытаний образцов растяжением на воздухе в режиме ползучести при постоянном действующем напряжении течения была такой же, как и в [11, 12], однако нагревание образцов до температуры испытаний осуществляли за 15 мин, т.е. более быстро, чем в [11, 12]. Это было сделано для того, чтобы выделения германия за время нагрева образцов до температуры испытаний не успевали раствориться в твердом растворе на основе алюминия в твердом состоянии, и, значит, можно было бы ожидать образование в образцах жидкой фазы в результате частичного плавления сплава.

Структурные исследования выполнены с применением оптического микроскопа МИМ-6 и электронного микроскопа Tesla BS-540.

Исследование кинетики фазовых превращений, происходящих в процессе нагревания образцов сплава Al-4% масс. Ge до температуры испытаний, выполнено путем анализа диаграммы состояния си-

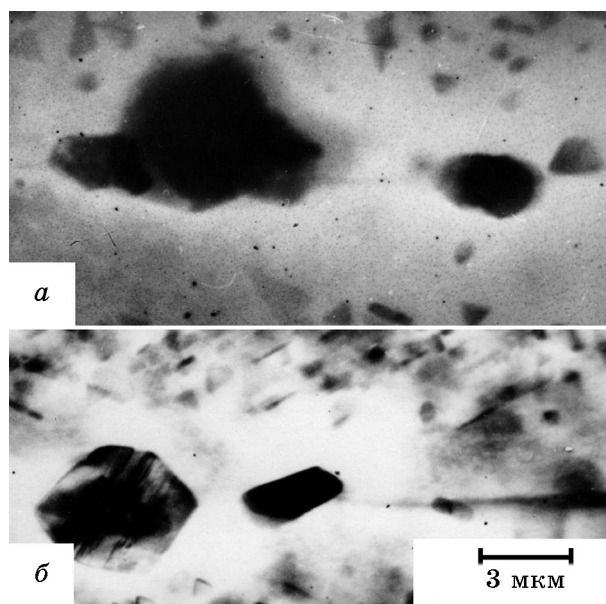


Рис. 1. Выделения германия в исходных образцах сплава Al–4% масс. Ge.

стемы Al–Ge, а также с применением метода дифференциального термического анализа, который был осуществлен на приборе «Derivatograph Q-1500».

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ДИСКУССИЯ

Механические испытания образцов сплава Al–4% Ge, выполнены в интервале температур $T = 573–873$ К и при напряжениях $\sigma = 2,0–5,0$ МПа в условиях постоянства приложенного напряжения течения. Были получены зависимости относительного удлинения до разрушения δ от приложенного напряжения σ для ряда температур из указанного интервала. Максимальное значение относительного удлинения до разрушения δ_{\max} соответствующее оптимальным условиям проявления сплавом эффекта сверхпластичности, в зависимости от температуры испытания T приведено на рис. 2. Видно, что наибольшие относительные удлинения до разрушения имеют образцы сплава, которые были продеформированы при температурах более высоких, чем эвтектическая температура системы Al–Ge (697 К).

Появление локальных участков жидкой фазы в образцах сверхпластически деформируемых алюминиевых сплавов, как уже указывалось ранее, связано либо с плавлением неравновесных эвтектик, либо с полным или частичным плавлением интерметаллидных

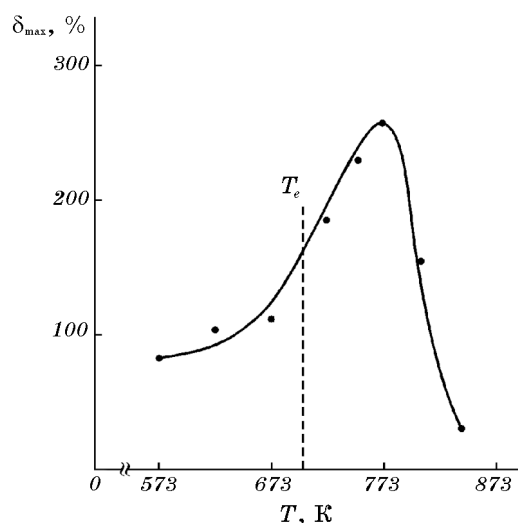


Рис. 2. Зависимость максимального относительного удлинения до разрушения δ_{\max} от температуры T для образцов сплав Al-4% масс. Ge (пунктирной линией обозначена температура эвтектики T_e).

фаз с низкой температурой плавления, а также с плавлением участков сегрегации легирующих элементов, температура плавления которых ниже, чем для сплава в целом. В то же время даже для многофазных в исходном состоянии сложнолегированных матричных сплавов, на межфазной границе матрицы с включением мы будем иметь контакт двух фаз — матричной фазы и фазы конкретного включения, и поэтому процессы, происходящие на контактной (межфазной) границе можно рассматривать на основе бинарной диаграммы состояния. Если диаграмма состояния этой бинарной системы будет эвтектического типа, то на межфазной границе матрица-включение при определенной температуре будет осуществляться эффект контактного плавления [13]. Таким образом, кроме выше названных причин возникновения участков жидкой фазы в сплавах при температурах ниже равновесного солидуса, можно назвать еще одну причину, а именно эффект контактного плавления, который проявляется на контакте соседствующих фаз при некоторой определенной температуре — температуре контактного плавления.

Как уже было отмечено, сплав Al-4% масс. Ge относится к системе, имеющей простую эвтектическую диаграмму состояния без промежуточных фаз [14]. В системе Al-Ge растворимость Ge в Al мала, а растворимость Al в Ge вообще практически отсутствует. Данные о концентрации фаз в исходном состоянии исследуемого сплава, рассчитанные на основании результатов рентгеноструктур-

ных исследований, говорят о том, что 1% масс. Ge был в α -растворе, а 3% масс. Ge в выделениях [11, 12]. Поэтому, учитывая исходное структурное состояние образцов и достаточно быстрое время нагрева образцов до температуры испытаний (15 мин), весьма вероятным является зарождение и развитие жидкой фазы в этом сплаве по механизму контактного плавления. Однако, судя по всему, образование жидкой фазы происходило и путем плавления локальных участков твердого раствора на основе алюминия, содержащего сегрегации Ge.

Именно такой механизм частичного плавления сплава и образования жидкой фазы подтверждают данные, полученные в результате выполнения дифференциального термического анализа сплава Al-4% масс. Ge (рис. 3), нагретого от комнатной температуры до 1073 К со скоростью нагревания 5 К/мин. Видно, что при температуре $T \approx 700$ К, которая близка к эвтектической температуре (697 К) на кривой дифференциального термического анализа наблюдается продолжительный, хотя вначале и не очень ярко выраженный, эндотермический пик. Это свидетельствует о том, что в ходе нагревания в сплаве происходит фазовое превращение, приводящее к его частичному плавлению. На кривой дифференциального термического анализа видно, что при температуре $T \approx 847$ К в сплаве также осуществляются процессы, приводящие к поглощению тепла. Они могут быть связаны с локальным плавлением объемов, состоящих из твердого раствора на основе алюминия, в котором концентрация германия повышена по сравнению со средней. Следует отметить, что при температуре испытаний $T = 827$ К значения относительного удлинения до разрушения образцов сплава Al-4% масс. Ge резко

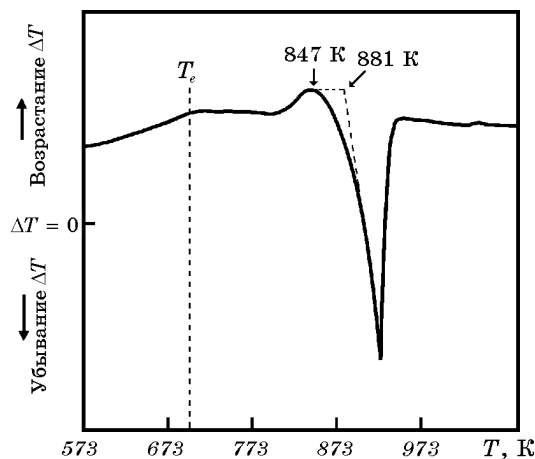


Рис. 3. Фрагмент кривой дифференциального термического анализа сплава Al-4% масс. Ge.

уменьшаются. Хотя эта температура, как видно на рис. 3, немного ниже той температуры, при которой начинается массовое плавление сплава (881 К).

На основании анализа вида микроструктуры образцов, нагретых до определенной температуры и выдержанных при этой температуре в течение некоторого промежутка времени, можно сделать количественную оценку относительного объема жидкой фазы, образовавшейся в них, используя методику, предложенную в работе [15]. На рисунке 4 приведены виды микроструктуры образцов сплава Al-4 % масс. Ge, нагретых до различных температур и выдержан-

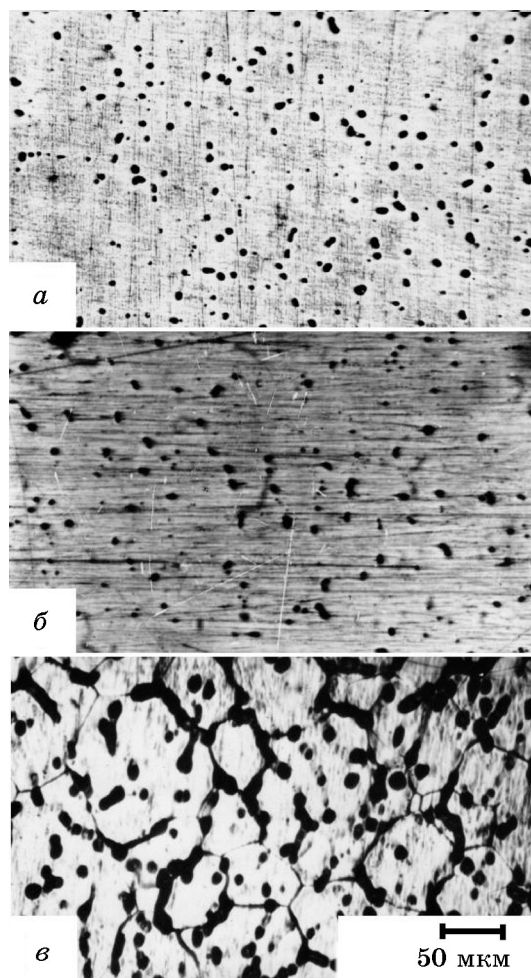


Рис. 4. Микроструктура образцов сплава Al-4% масс. Ge, нагретых до температуры 713 К (а), 753 К (б), 843 К (в) и выдержанных при указанных температурах в течение 15 мин.

ных при каждой из температур 15 мин. Именно такое структурное состояние имели образцы сплава непосредственно перед началом их механических испытаний на сверхпластичность. Видны участки локального плавления, которые неоднородно распределены по всему объему образца. Значительная часть из них, как видно на рис. 4, в, приходится на межзеренные границы, так как именно там локализовано наибольшее количество включений Ge. В результате анализа видов микроструктуры образцов сплава Al-4% масс. Ge, выполненного с использованием методов количественной металлографии [16], был определен относительный объем жидкой фазы в них. График зависимости относительного объема жидкой фазы в образцах от температуры испытаний приведен на рис. 5, кривая 1. Видно, что с ростом температуры испытаний относительный объем жидкой фазы в образцах увеличивается. Следует отметить, что и показатель скоростной чувствительности напряжения течения к скорости деформации m ведет себя подобным образом (рис. 5, кривая 2).

Сильная зависимость показателя скоростной чувствительности m к изменению структурного состояния образцов, как отмечено в [17], указывает на то, что он является определяющим феноменологическим параметром сверхпластичности. Установлено, что высокое значение m всегда соответствует наиболее яркому проявлению эффекта сверхпластичности. Данные, указывающие на прямую связь высокого значения m для сверхпластического течения с активным развитием зернограничного проскальзывания, были приведены в работах [17, 18]. В них отмечается, что высокое значение параметра

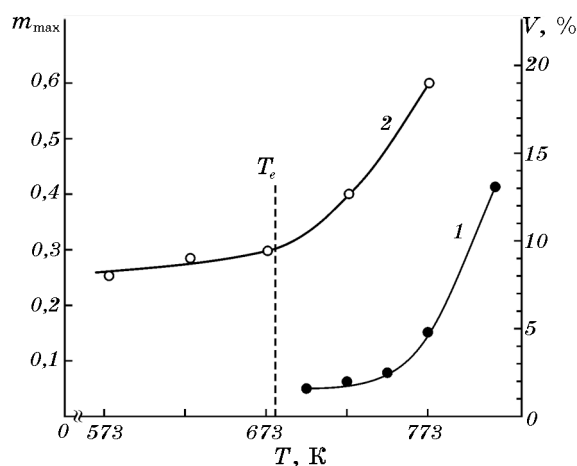


Рис. 5. Зависимость относительного объема жидкой фазы (кривая 1) и максимального значения коэффициента скоростной чувствительности (кривая 2) от температуры T для образцов сплава Al-4% масс. Ge.

m обеспечивает возможность проявления деформируемыми образцами высокой пластичности за счет развития интенсивного зернограницного проскальзывания и осуществления его эффективной аккомодации. Поэтому показатель m используют в эксперименте для установления корреляции между структурным состоянием и оптимальными температурно-скоростными условиями сверхпластического течения. Известно [19], что материал ведет себя как вязкий, т.е. максимально пластичный, когда $m = 1$, что характерно для ньютоновского вязкого течения. Для сверхпластической деформации $0,3 < m < 1,0$ [17]. Установлено, что в случае исследованных нами образцов сплава Al-4% масс. Ge значение параметра m начинает превышать величину 0,3 только при температурах испытаний, которые выше эвтектической температуры. Максимальное значение m при этом достигает значения 0,6. Установлена корреляция максимального значения m с максимальным значением относительного удлинения до разрушения δ . Таким образом, можно утверждать, что образцы сплава Al-4% масс. Ge проявляют эффект сверхпластичности только при температурах испытаний, которые выше эвтектической температуры.

Как было отмечено выше, в ряде исследований уже были выполнены оценки объемной доли и толщины зернограницной жидкой фазы в образцах сплавов, проявляющих высокотемпературную сверхпластичность. Как правило, в рассмотрение принимались данные о видах поверхностей разрушения и видах микроструктуры образцов, продеформированных в условиях высокотемпературной сверхпластичности, данные термического анализа и анализа химического состава сплавов, а также данные о значении оптимального приложенного напряжения течения. Так, в [20] была сделана оценка толщины жидкой фазы, исходя из данных об оптимальном приложенном напряжении течения, и были выполнены расчеты на примере проявления сверхпластичности матричным алюминиевым сплавом 7475. Для этого в работе [20] было промоделировано вязкое течение ньютоновской жидкости между двумя зернами, исходя из предположения о том, что напряжение течения на ранних стадиях определяется только поведением жидкой фазы, так как твердая фаза является достаточно жесткой. Для значения толщины жидкой фазы h было получено выражение

$$h^3 = \frac{3\pi \eta A_0 \dot{\bar{d}}}{8 \sigma L_0}, \quad (1)$$

где σ — приложенное напряжение течения; η — вязкость жидкости (для расчета берется вязкость алюминия при температуре плавления $1,3 \cdot 10^{-3}$ Н·с/м²); оптимальное напряжение течения — σ ; средний размер зерна — \bar{d} ; L_0 — длина образца; A_0 — поперечное сече-

ние образца; $\dot{\epsilon}$ — скорость растяжения образца.

В [20] установлено, что в соответствии с выполненными оценками толщина зернограничной жидкой фазы в образцах мелкозернистого ($\bar{d} = 12$ мкм) алюминиевого сплава 7475 должна была бы составлять 39 нм. Следует заметить, что ввиду того, что деформация частиц твердых интерметаллидных фаз и зерен в расчетах не учитывалась [20], это значение можно принимать в качестве минимальной толщины зернограничной жидкой фазы.

Принимая во внимание вышеизложенные результаты, и используя соотношение (1), были выполнены расчеты значения минимальной толщины зернограничной жидкой фазы для сплава А-4% масс. Ge. Значения величин, входящих в (1), которые необходимы для расчета толщины зернограничной жидкой фазы, были взяты из работ [11, 12]. Полученное значение толщины зернограничной жидкой фазы h составило величину 230 нм, что почти на порядок превосходит значение минимальной толщины зернограничной жидкой фазы в сплаве 7475.

Ход приведенных на рис. 5 зависимостей коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения m и толщины зернограничной жидкой фазы от температуры свидетельствуют о положительном влиянии наличия жидкой фазы на границах зерен на возможность получения высоких показателей сверхпластичности.

Принимая во внимание то, что сплав Al-4% масс. Ge является крупнозернистым ($\bar{d} \approx 200$ мкм), такое значение толщины зернограничной жидкой фазы соответствует ее относительному объему в образце, составляющему около 0,2%. А, как было показано выше, образцы сплава Al-4% масс. Ge деформируются при наличии в их структуре значительно большего относительного объема жидкой фазы. Но даже такого небольшого количества жидкой фазы, по видимому, уже достаточно для того, чтобы облегчить развитие аккомодационных процессов на проскальзывающих границах зерен и, соответственно, способствовать проявлению эффекта сверхпластичности образцами данного сплава. Можно предположить, что при достижении эвтектической температуры, когда жидкая фаза в образцах сплава Al-4% масс. Ge только начинает появляться, они уже могут проявлять эффект сверхпластичности. И, как видно на рис. 2 и 5, при температурах испытаний, превышающих эвтектическую температуру, начинает увеличиваться и значение относительного удлинения до разрушения, а показатель скоростной чувствительности напряжения течения превышает значение 0,3, т.е. сплав Al-4% масс. Ge проявляет сверхпластичное поведение более ярко.

Очевидно, что присутствие жидкой фазы вдоль границ зерен влияет на механизм осуществления сверхпластической деформации образцов изученного сплава. Жидкая фаза у фаз-включений, расположенных по границам зерен, разблокирует тормозящее вли-

яние этих включений на процесс зернограничного проскальзывания, способствует снижению локальных напряжений, возникающих при проскальзывании, и влияет на активизацию диффузионных процессов в сплаве. Она изменяет механизм зернограничного проскальзывания за счет внесения в него элемента вязкого течения жидкости и облегчает процессы аккомодации формы зерен при зернограничном проскальзывании.

4. ВЫВОДЫ

1. В результате выполнения металлографических исследований и дифференциального термического анализа установлено, что в ходе нагревания образцов сплава Al-4% масс. Ge после прохождения эвтектической температуры в них происходят фазовые превращения, приводящие к появлению локальных включений жидкой фазы.

2. Установлено, что при температурах, более высоких, чем температура эвтектики системы Al-Ge (697 К), образцы сплава Al-4% масс. Ge достигают наибольших относительных удлинений до разрушения, а коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения к скорости деформации m начинает превышать величину 0,3, характерную для проявления материалами сверхпластичности, достигая значения 0,6 при 773 К.

3. Корреляция хода зависимостей показателя скоростной чувствительности напряжения течения m и толщины зернограничной жидкой фазы от температуры свидетельствует о положительном влиянии наличия жидкой фазы на границах зерен на возможность получения высоких показателей сверхпластичности в крупнозернистых образцах сплава Al-4% масс. Ge.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Б. Б. Страумал, *Фазовые переходы на границах зерен* (Москва: Наука: 2003).
2. W. J. Kim, J. H. Yeon, and J. C. Lee, *J. Alloys Compd.*, **308**: 237 (2000).
3. M. Mabuchi, H. G. Jeong, K. Hiraga, and K. Higashi, *Interface Sci.*, **4**, No. 3-4: 357 (1996).
4. J. Koike, K. Miki, K. Maruyama, and H. Oikawa, *Philos. Mag. A*, **78**, No. 3. 599: (1998).
5. В. В. Брюховецкий, *ФММ*, **98**, № 3: 99 (2004).
6. T. G. Nieh, J. Wadsworth, and T. Imai, *Scr. Met. et Mater.*, **26**: 703 (1992).
7. K. Higashi, T. G. Nieh, M. Mabuchi, and J. Wadsworth, *Scr. Met. Mater.*, **32**, No. 7: 1079 (1995).
8. T. G. Nieh and J. Wadsworth, *Mater. Sci. Forum*, **233-234**: 383 (1997).
9. В. В. Брюховецкий, Р. И. Кузнецова, В. М. Андронов и др., *Металлофиз.*

- новейшие технол.*, **21**, № 5: 69 (1999).
10. J. Koike, M. Mabuchi, and K. Higashi, *Acta Metal. Mater.*, **43**, No. 1: 199 (1995).
 11. V. V. Bryukhovetsky, R. I. Kuznetsova, N. N. Zhukov et al., *Phys. Status Solidi (a)*, **202**, No. 9: 1740 (2005).
 12. Р. И. Кузнецова, Н. Н. Жуков, *ФММ*, **44**, вып. 6: 1277 (1977).
 13. В. М. Залкин, *Природа эвтектических сплавов и эффект контактного плавления* (Москва: Металлургия: 1987).
 14. А. Е. Вол, *Строение и свойства двойных металлических систем* (Москва: Физматгиз: 1959).
 15. Y. Chino, M. Kobata, H. Iwasaki, and M. Mabuchi, *Acta Mater.*, **51**, No. 11: 3309 (2003).
 16. С. А. Салтыков, *Стереометрическая металлография* (Москва: Металлургия: 1976).
 17. О. А. Кайбышев, *Сверхпластичность промышленных сплавов* (Москва: Металлургия: 1984).
 18. О. А. Кайбышев, Р. З. Валиев, *Границы зерен и свойства металлов* (Москва: Металлургия: 1987).
 19. Ж.-П. Пуарье, *Ползучесть кристаллов. Механизмы деформации металлов, керамик и минералов при высоких температурах* (Москва: Мир: 1988) (пер. с англ.).
 20. Y. Takayama, T. Tozawa, and H. Kato, *Acta Mater.*, **47**, No. 4: 1263 (1999).