## Оценка активационных параметров разрушения в алюминии и *а*-железе по данным измерения долговечности при умеренных и низких температурах

## © А.И. Петров, М.В. Разуваева

05

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021 Санкт-Петербург, Россия e-mail: an.petrov@mail.ioffe.ru

## (Поступило в Редакцию 29 октября 2009 г.)

Приведены результаты определения энергии активации процесса разрушения по данным измерения зависимости долговечности Al и α-Fe от напряжения в области умеренных и низких температур испытания. Анализ данных проводился для сдвиговых напряжений с учетом температурной зависимости модуля сдвига и атермической компоненты напряжений.

В работах [1,2] было показано, что разрушение при ползучести металлов в условиях низких и умеренных температур, как и при других видах растяжения, например при активном растяжении с постоянной скоростью, наступает по достижении критической однородной деформации  $\varepsilon_p$ , когда в образце возникает пластическая неустойчивость типа шейка. Анализ уравнений, описывающих эволюцию плотности дислокаций при деформации, выявил, что величина  $\varepsilon_p$  зависит от температуры и структурных факторов, таких как энергия дефектов упаковки, твердорастворное упрочнение и измельчение зерна [3]. Указанные структурные параметры влияют на подвижность дислокаций под нагрузкой и определяют время достижения критической деформации  $\varepsilon_p$ . Уменьшение подвижности дислокаций возникает также в результате деформационного упрочнения, создания барьеров на пути движения дислокаций, обусловленных взаимодействием с другими дефектами или периодическим полем кристаллической решетки (силы Пайерлса).

В процессе ползучести происходит термически активированное преодоление барьеров, при этом энергия активации  $H = H(\tau^*)$  зависит от эффективного напряжения  $\tau^* = \tau - \tau_{\mu}$ , где  $\tau$  — приложенное напряжение,  $\tau_{\mu}$  — атермическая компонента напряжений, обусловленных взаимодействием движущихся дислокаций с ансамблем дислокаций и других дефектов в деформированном кристалле;  $\tau^*$  — эффективное напряжение, связанное с процессом термоактивированного преодоления дислокацией локальных препятствий с малым радиусом действия [4]:

$$H = H_0 - V(\tau - \tau_\mu),\tag{1}$$

где V — активационный объем.

При умеренных температурах испытания в ГЦК-металлах с высоким значением энергии дефекта упаковки, например в Al, к началу стационарной стадии ползучести развивается хорошо выраженная блочная структура, которая сохраняется на протяжении всей стадии установившейся ползучести. Границами блоков являются гексагональные дислокационные сетки, реже — однорядные стенки дислокаций [5,6]. ОЦК-металлы в целом имеют более высокие значения энергии дефекта упаковки по сравнению с ГЦК-металлами. Дислокационная структура в ОЦК-металлах, возникающая при деформации, аналогична структуре металлов с ГЦК-решеткой с высоким значением энергии дефекта упаковки [7].

В экспериментах *in situ* [6] для Al установлено, что элементарным актом, контролирующим скорость ползучести, является выход дислокаций из границ блоков и их последующее перемещение через объем ячеек. Показано также, что при умеренных температурах  $0.3-0.5T_m$ ( $T_m$  — абсолютная температура плавления) величина энергии активации в выражении (1)  $H_0$  совпадает с энергией активации самодиффузии  $H_d$  [8]. Это позволило сделать вывод [8], что выход дислокаций из границ ячеек в результате распутывания узлов сетки осуществляется микропереползанием, т.е. протекает с участием диффузионных процессов. Величина активационного объема V в этом случае определяется размером сетки  $l_c$ :

$$V = l_c b d, \tag{2}$$

где *b* — вектор Бюргерса, *d* — ширина расщепленной дислокации.

Известно [4], что в чистых ГЦК-металлах при низких температурах термически активированным является процесс образования ступенек при пересечении дислокаций "леса". Опыты на растяжение Al с постоянной скоростью деформирования при низких температурах показали, что энергия активации, как и в случае средних температур испытания, зависит от эффективного напряжения, согласно (1). Величина начального потенциального барьера, характеризующего пересечение дислокаций, равна удвоенной энергии образования ступенек на дислокациях  $H_0 = 2U_j \approx 0.2 \text{ eV}$  [4]. По другим данным, энергия  $H_0$  должна быть порядка энергии образования вакансий в алюминии  $E_f \approx 0.7 \text{ eV}$  [8]. Величина активационного объема в этом случае дается выражением [4]:

$$V = hbd, \tag{3}$$

где  $h = \rho_f^{-1/2}$ , h — среднее расстояние между деревьями леса,  $\rho_f$  — плотность дислокаций леса.

В отличие от ГЦК в ОЦК-металлах и сплавах при температуре ниже  $0.15T_m$  рельеф Пайерлса значительно затрудняет перемещение по кристаллу винтовых дислокаций [9]. Движение дислокаций при наличии рельефа Пайерлса осуществляется путем образования и расширения вдоль дислокаций двойных перегибов. Температурная зависимость напряжения Пайерлса определяется зависимостью энергии образования двойных перегибов на винтовых дислокациях H от напряжения  $\tau$ . В модели резких перегибов [10–12]:

$$H = 2H_k - 2\beta\sqrt{\tau},\tag{4}$$

где 2*H<sub>k</sub>* — энергия образования двойного перегиба,

$$\beta = (a^3 b \, \Phi_0)^{1/2},\tag{5}$$

a — постоянная решетки,  $\Phi_0$  — константа в выражении для упругого взаимодействия перегибов [13]:

$$\Phi_0 = \frac{1+\nu}{1-\nu} \frac{\mu b^2}{2\pi},$$
 (6)

*v* — коэффициент Пуассона, *µ* — модуль сдвига.

В работе [14] проведен анализ данных по температурной зависимости предела текучести поликристаллического  $\alpha$ -Fe при T < 300 K. Показано, что зависимость энергии активации от напряжения соответствует корневому закону (4). Энергия активации образования двойных перегибов  $2H_k$  близка к величине энергии  $2H_k = 0.68$  eV, определенной в опытах по внутреннему трению [15].

Исходя из тесной связи деформации и разрушения, которая имеет место как в случае умеренных, так и в случае низких температур испытания, можно полагать, что время до разрушения  $t_f$ , как и скорость стационарной ползучести  $\dot{\epsilon}$ , будет контролироваться подвижностью дислокаций и, следовательно, феноменологическая зависимость долговечности от напряжения и температуры будет определяться теми же активационными параметрами, что и скорость ползучести. В литературе, однако, наблюдается заметное расхождение результатов анализа данных по долговечности и ползучести для чистых поликристаллических металлов. Показано [16,17], что зависимость  $t_f$  от температуры T и нормального напряжения растяжения  $\sigma$  в широком интервале изменения  $\sigma$  и T подчиняется уравнению:

$$t_f = t_0 \exp\left(\frac{U_0 - \gamma \sigma}{kT}\right). \tag{7}$$

В (7) предэкспонента  $t_0 \approx 10^{-13}$  s,  $\gamma$  — структурный фактор, величина которого для чистых поликристаллических металлов определяется плотностью дислокаций

в границах блоков [5,18]. (Отметим, что величина  $\gamma$  и активационного объема  $V = kT\partial \ln \dot{\varepsilon}/\partial \tau$ , при T = const, связаны соотношением:  $V = \gamma m$ , где m = 3.06 — фактор Тейлора для поликристаллов.)

Начальная энергия активации U<sub>0</sub> в области умеренных температур испытания примерно в 1.5 раза превышает значение энергии самодиффузии, которая следует из данных дифференциального метода с небольшими скачками температуры [4] или из метода непрерывного изменения температуры с постоянной скоростью [8]. Причина расхождения может быть обусловлена тем, что обработка данных по долговечности, полученных в широком интервале температур испытания, проводилась без поправки на температурный ход модуля сдвига и без учета внутренних атермических напряжений. (В то же время только поправка на температурную зависимость модуля снижает высоту энергетического барьера на 30-40% [19].) Для введения указанных поправок необходимо перейти от нормальных  $\sigma$  к сдвиговым напряжениям  $\tau = \sigma/m$ .

Таким образом, исходя из дислокационных представлений анализ данных по зависимости долговечности от сдвиговых напряжений должен проводиться с учетом температурной зависимости модуля сдвига, внутренних напряжений, а при низких температурах — с учетом независимой от температуры атермической составляющей напряжения. Такого рода анализ на примере чистых поликристаллических металлов с решеткой ГЦК и ОЦК и является целью настоящей работы.

На рис. 1, по данным [20], в координатах  $\lg t_f - \tau$  приведена зависимость долговечности от напряжения для образцов поликристаллического алюминия (99.97%), предварительно отожженных при 420°C в течение 1 h. Долговечность измерялась в условиях одноосного растя-



**Рис. 1.** Зависимость долговечности алюминия от величины нормированного сдвигового напряжения при разных температурах: *I* — 573, *2* — 473, *3* — 373, *4* — 291, *5* — 198, *6* — 123, *7* — 77, *8* — 4.4 K [20].

жения в диапазоне температур 4.2-573 К при времени  $10^{-3}-10^5$  s. Переход от нормальных  $\sigma$  к нормированным на относительный модуль сдвига сдвиговым напряжениям  $\tau$  и учет температурной зависимости модуля сдвига проводился согласно выражению:

$$\tau = \frac{\sigma}{m} \frac{\mu_0}{\mu(T)},\tag{8}$$

где  $\mu_0$  — модуль сдвига как 0 K,  $\mu(T)$  — модуль сдвига при температуре испытания.

На рис. 2 данные рис. 1, полученные в области средних температур испытания, перестроены в координатах  $\lg t_f - 1/T$ . Из полученного "веера" прямых следует, что величина предэкспоненциального множителя  $t_0$  составляет  $\approx 10^{-8}$  s, что на 4–5 порядков больше величины предэкспоненты в уравнении (7). Видно также, что при всех напряжениях точки, отвечающие комнатной температуре, выпадают из полученного "веера".

Зависимость энергии активации H от напряжения, полученная из наклона прямых рис. 2, оказалась линейной (рис. 3). Значение начальной энергии активации 1.76 eV несколько больше значения энергии самодиффузии в Al (1.45 eV), но меньше величины  $U_0 = 2.2$  eV, получаемой обычно при обработке данных в соответствии с уравнением (7). Поскольку энергия активации пластической деформации не может быть больше энергии самодиффузии, то напряжение  $\tau \approx 5$  MPa, при котором  $H(\tau)$ становится равной  $H_d$ , согласно [8], соответствует уровню внутренних напряжений  $\tau_{\mu}$  в данном температурном интервале.

При температуре испытания 291 К величина активационного объема V, рассчитанная по наклону прямой  $\lg t_f - \tau$  та же, что и в температурном интервале 373–573 К (10 nm<sup>3</sup>). Это дает основание полагать, что механизм пластической деформации и разрушения при 293 К также связан с диффузионными процессами, а



**Рис. 2.** Зависимость долговечности алюминия от обратной температуры при разных значениях напряжения  $\tau$ : I - 5, 2 - 10, 3 - 15, 4 - 20 MPa.



**Рис. 3.** Зависимость энергии активации разрушения от напряжения для алюминия в области умеренных температур.

наблюдаемое выпадение точек из "веера" прямых обусловлено ростом внутренних напряжений. Вследствие роста  $\tau_{\mu}$  кривые деформации при комнатной температуре являются наложением линейной и логарифмической ползучести. Известно также [4], что величина внутренних сдвиговых напряжений в поликристаллах близка к пределу упругости при сдвиге. При 291 К значение  $\tau_{\mu}$ , оцененное из зависимости энергии активации от напряжения при  $H(\tau) = H_d$ , составляет 6.5 МРа. Измерения, проведенные при скорости деформации  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ показали, что величина предела текучести  $\sigma_{02} \approx 25$  МРа. В пересчете на предел текучести равна 7.3 МРа, т.е. близка к рассчитанной  $\tau_{\mu}$ .

Величина активационного объема, согласно (2), определяется длиной звена сетки в стенках блоков. Действительно, показано, что параметр  $\gamma$  связан с величиной средней разориентации блоков  $\tilde{\theta}$  [18]:

$$\gamma \theta = A, \tag{9}$$

где  $A = 0.13 \text{ nm}^3$ . В случае однорядных стенок  $\tilde{\theta} = b/l$ (l — расстояние между дислокациями в стенке) и V = 3.7lbd (d = 1.5b [4]), что совпадает с (2) при  $l_c = 3.7l$ . Последнее согласуется с электронномикроскопическими данными деформированного алюминия [5,6,19].

Рассмотрим данные, полученные при низких температурах. На рис. 4 по данным рис. 1 показана зависимость напряжения  $\tau_m$  (при  $\lg t_f = -8$ ) от температуры. Величина атермического плато определяет независимую от температуры часть напряжения  $\tau_{\mu}^m$  и, следовательно, при температуре ниже критической  $T \approx 200$  K долговечность Al определяется величиной не приложенного



**Рис. 4.** Температурная зависимость максимального (при  $\lg t_f = -8$ ) напряжения в алюминии.



Рис. 5. *а* — зависимость энергии активации разрушения Al (99.97%) от эффективного напряжения при разных значениях температуры: *I* — 77, *2* — 123 K; *b* — зависимость начальной энергии активации разрушения от температуры для:  $\triangle$ , • — Al (99.97%), □ — Al (99.999%), ▲ — Al+0.055% Mg, × — Al+3.3% Mg [8].

напряжения, а эффективного. Отметим, что существование атермического плато в чистых ГЦК-металлах в настоящее время объясняют наличием в стенках дислокационных ячеек жестких (рекомбинировавших) узлов [21,22].

Как и в предыдущем случае, в области низких температур испытания 77–123 К энергия активации разрушения  $H(\tau^*) = kT \ln t_f / t_0 \ (t_0 = 10^{-8} \text{ s})$  линейно зависит от эффективного напряжения (рис. 5, *a*). Из рис. 5, *a* также следует, что в случае низких температур величина начальной энергии активации  $H_0$  заметно возрастает с ростом температуры испытания. Сравнение полученных данных с данными измерения  $H_0$  в условиях ползучести [8] показывает достаточно хорошее совпадение величин  $H_0$ , оцененных разными способами (рис. 5, *b*). Следует отметить, что предложенный способ оценки энергии активации разрушения не позволяет определить значение  $H_0$  при T = 198 К. Исходя из данных рис. 5, *b* можно ожидать, что, как и в случае ползучести, величина  $H_0$  составит около 0.6 eV.

Таким образом, на основе рассмотренных данных можно сделать вывод, что в чистом Al долговечность, как и скорость пластической деформации контролируются механизмом термоактивированного пересечения дислокаций "леса". Плотность лесных дислокаций  $\rho_f \sim V^{-2}$  при изменении активационного объема от 2.25 до 0.71 nm<sup>3</sup> соответственно при температурах испытания 123 и 77 К возрастает на один порядок.

Рассмотрим данные по долговечности ОЦК-металлов. Такие данные для чистого  $\alpha$ -Fe (0.003% C) приведены в работе [23] в интервале температур 77–673 К. Отметим, что для обычного  $\alpha$ -Fe (0.03% C) в интервале температур 0.2–0.25 $T_m$  имеет место динамическое деформационное старение дислокаций атмосферами атомов углерода. Вследствие этого при временах, бо́льших времени закрепления дислокаций атомами углерода, разрушение резко замедляется и прямые  $\lg t_f - \sigma$  становятся практически вертикальными [3].

На рис. 6 в координатах  $\lg t_f - \tau$  (как и для алюминия, величина  $\tau$  была пересчитана в соответствии с (8))



**Рис. 6.** Зависимость долговечности чистого α-Fe от величины нормированного напряжения при разных значениях температуры: I = 673, 2 = 583, 3 = 523, 4 = 453, 5 = 291, 6 = 223, 7 = 193, 8 = 153, 9 = 113, I0 = 77 K [23].



**Рис. 7.** Зависимость долговечности чистого  $\alpha$ -Fe от обратной температуры при разных значениях напряжения  $\tau$ : 1 - 60, 2 - 100, 3 - 140 MPa.



**Рис. 8.** Зависимость энергии активации разрушения чистого *α*-Fe от напряжения при умеренных температурах.

приведена зависимость долговечности от сдвигового напряжения при разных температурах. Обработка "веера" прямых в области температур 523–673 К показала (рис. 7, 8), что, как и для Al, зависимость долговечности от напряжения и температуры описывается уравнением вида (7), в котором предэкспонента  $t_0 \approx 10^{-9}$  s, энергия активации  $H_0 = 2.7$  eV, т. е. близка к энергии самодиффузии в Fe (2.8 eV) [4]. Последнее означает, что в данной области температур внутренние напряжения  $\tau_{\mu}$  близки к нулю.

Результаты проведенной обработки с учетом температурной зависимости модуля сдвига оказались отличными от результатов обработки в координатах  $\lg t_f - \sigma$  [23]. В последнем случае  $t_0 \approx 10^{-12}$  s, а величина  $U_0 = 4.1$  eV близка к энергии сублимации для Fe (4.3 eV).

При температуре ниже комнатной, как следует из данных рис. 6, наблюдается заметное упрочнение железа и резкое изменение наклона прямых  $\lg t_f - \tau$ . Такое поведение может быть связано с переходом при низких температурах к иному, по сравнению с высокими температурами, механизму разрушения. Так, авторы [23] полагают, что процесс разрушения контролируется движением дислокаций в рельефе Пайерлса. Однако этот вывод не представляется достаточно аргументированным, поскольку оценка энергии активации ( $H_0 = 0.5 \text{ eV}$ ) проводилась, согласно уравнению (7), при  $t_0 \approx 10^{-12} \text{ s}$  для приложенных нормальных напряжений, т. е. без учета атермической компоненты. Отметим, что при такой обработке, как следует из данных [23], величина  $H_0$  практически не зависит от напряжения.

Из модели резких перегибов оценку энергии активации процесса разрушения  $\alpha$ -железа при  $T < 0.15T_m$  следует проводить исходя из корневой зависимости энергии образования двойных перегибов  $2H_k$  от величины эффективного сдвигового напряжения  $\tau^* = \tau - \tau_{\mu}^m$ . Такая зависимость представлена на рис. 9. Энергия активации разрушения оценивалась как  $H(\tau^*) = kT \ln t_f/t_0$  при  $t_0 \approx 10^{-9}$  s. Величина атермической компоненты напряжению при  $t_0 \approx 10^{-9}$  s и T = 291 K =  $0.15T_m$ , выше которой напряжение Пайерлса практически равно нулю.

Из рис. 9 видно, что в координатах  $H(\tau^*) - \sqrt{\tau^*}$  эксперименальные точки, полученные в диапазоне темпера-



**Рис. 9.** Зависимость энергии активации разрушения чистого *α*-Fe от эффективного напряжения при низких температурах: □ — 223, △ — 193, • — 153, × — 113, ◊ — 77 K.

Журнал технической физики, 2010, том 80, вып. 6

тур 77 и 223 К действительно укладываются на прямую линию, т.е. соответствуют корневому закону. Экстрополяция прямой на  $\tau^* = 0$  дает значение начальной энергии активации H<sub>0</sub> = 0.72 eV. Полученная величина близка к значению энергии образования двойных перегибов на винтовых дислокациях в  $\alpha$ -Fe ( $2H_k = 0.68 \text{ eV}$ ). Из наклона прямой  $H(\tau^*) - \sqrt{\tau^*}$  (рис. 9) следует, что величина  $\beta$  составляет 2.9 · 10<sup>-2</sup> eV (MPa)<sup>-1/2</sup>. Эта величина близка к рассчитанному, согласно выражениям (4)–(6), значению  $\beta \approx 2 \, \text{eV} \, (\text{MPa})^{-1/2}$ , определяющему зависимость энергии от напряжения. Следовательно, проведенные оценки показывают, что и величина энергии активации разрушения α-Fe при низких температурах, и ее зависимость от напряжения совпадают с энергией образования двойных перегибов на винтовых дислокациях  $2H_k$  и зависимостью  $2H_k$  от напряжения, следующей из модели резких перегибов.

Таким образом, проведенный анализ показал, что энергия активации процесса разрушения металлов ГЦК и ОЦК совпадает с энергией активации пластической деформации. В области средних температур испытания она близка к энергии самодиффузии, а при низких температурах определяется энергией пересечения дислокаций "леса" (Al) либо энергией образования двойных перегибов на винтовых дислокациях (Fe). Полученные данные показывают, что для оценки активационных параметров процесса разрушения помимо перехода от нормальных к сдвиговым напряжениям необходимо учитывать температурную зависимость модуля сдвига и атермическую компоненту напряжений.

Авторы выражают благодарность Г.А. Малыгину за обсуждение результатов и ценные замечания.

## Список литературы

- Журков С.Н., Санфирова Т.П. // ЖТФ. 1958. Т. 28. Вып. 8. С. 1719–1726.
- [2] Малыгин Г.А., Владимирова Г.В. // Проблемы прочности и пластичности твердых тел. Л.: Наука, 1979. С. 96–108.
- [3] Малыгин Г.А. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 2. С. 236-241.
- [4] Фридель Ж. Дислокации. М.: Мир, 1967. 634 с.
- [5] Мышляев М.М. // ФТТ. 1967. Т. 9. С. 1203; Т. 9. С. 1669.
- [6] Gaillard D., Martin J.L. // Acta Met. 1982. Vol. 30. N 2.
  P. 437–446; N 4. P. 791–798.
- [7] Трефилов В.И., Моисеев В.Ф. и др. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов. Киев: Наук. думка, 1987. 245 с.
- [8] Малыгин Г.А., Владимирова Г.В., Привалова Н.Н. // ФММ. 1983. Т. 55. Вып. 5. С. 1005–1015.
- [9] Louchet F., Kubun L.P. // Phys. Stat. Sol. (a). 1979. Vol. 56.
  P. 169–176.
- [10] Kroupa F., Brown L.M. // Phys. Mag. 1961. Vol. 6. P. 1267– 1270.
- [11] Celly V., Kabler M. et al. // Phys. Rev. 1963. Vol. 131. P. 58– 72.
- [12] Казанцев А.П., Покровский В.Л. // ЖЭТФ. 1970. Т. 58. С. 677–682.

- [13] Хирт Дж., Лоте Н. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972. 440 с.
- [14] Малыгин Г.А. // ФММ. 1984. Т. 58. Вып. 2. С. 360-368.
- [15] Hivert V, Groh P. at al. // Phys. Stat. Sol. (a). 1977. Vol. 42.
  P. 511–518.
- [16] Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.Е. Кинетическая природа прочности твердых тел. М.: Наука, 1974. 560 с.
- [17] Слуцкер А.И. // ФТТ. 2004. Т. 46. Вып. 9. С. 1601–1613.
- [18] Журков С.Н., Бетехтин В.И. и др. // ФТТ. 1963. Т. 5. Вып. 1. С. 5.
- [19] Мышляев М.М. Дислокационная структура алюминия в процессе ползучести. Автореф. на канд. физ.-мат. наук. М., 1968. 17 с.
- [20] Санфирова Т.П., Томашевский Э.Е. и др. // ФТТ. 1963. Т. 5. Вып. 6. С. 1700–1705.
- [21] Tangri K., Sastry D.H. // Phyl. Mag. 1975. Vol. 32. P. 513– 518.
- [22] Prasad Y.V., Sastry D.H. et al. // Scripta Met. 1969. Vol. 3. N 11. P. 771–775.
- [23] Алябьев В.М., Павлов В.А. // ФММ. 1977. Т., 43. Вып. 1. С. 116–122.