01,07

Влияние внешних воздействий на ползучесть алюминиевых сплавов с микроскопическими включениями при комнатных температурах

© М. Friha¹, Д.Е. Пшонкин¹, П.А. Скворцов², В.К. Николаев¹, А.А. Скворцов^{1,¶}

 ¹ Московский политехнический университет, Москва, Россия
 ² Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия
 [¶] E-mail: skvortsovaa2009@yandex.ru

Поступила в Редакцию 6 декабря 2022 г. В окончательной редакции 6 декабря 2022 г. Принята к публикации 21 февраля 2023 г.

Посвящена экспериментальному изучению ползучести алюминиевого сплава, содержащего микроскопические включения. Обнаружено, что предварительный электроотжиг ($j < 3 \cdot 10^6 \text{ A/m}^2$) материала приводит к росту ползучести образцов. Причины наблюдаемых изменений связываются авторами с образованием локальных областей высоких механических напряжений вблизи межфазной границы раздела включение — матрица. Проведена оценка уровня возникающих локальных термоупругих напряжений в алюминии $\delta_T \sim 35 \text{ MPa}$, а также характерного размера таких областей ($\sim 2\mu$ m). Наблюдаемое увеличение ползучести определяется результирующим действием остаточных напряжений и напряжениями тепловой природы, что способствует созданию дополнительных локальных источников деформации на межфазных областях. Локальные концентраторы напряжений приводят к локальному увеличению числа подвижных дислокаций, что является основной причиной изменения механических свойств рассматриваемого алюминиевого сплава с микроскопическими включениями.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, пластическая деформация, ползучесть, граница раздела фаз, динамика дислокаций.

DOI: 10.21883/FTT.2023.04.55286.549

1. Введение

Современные задачи в области физического материаловедения требуют постоянного совершенствования методов обработки материалов для улучшения их эксплуатационных свойств. Такой запрос существует для непрерывного улучшения эффективности современного производства, определяемого улучшением качества изготавливаемых изделий из металлов и сплавов, разработкой и применением новых технологических методов обработки материалов. Хорошо известно, что многие технологические методы в результате приложенных внешних механических напряжений приводят к пластической деформации образцов. Это приводит к изменениям внутренней структуры материала, связанной с динамикой зерен, частиц второй фазы, пор, миграции линейных и точечных структурных дефектов.

Кроме механических воздействий, существенное влияние на дефекты внутренней структуры металлов и сплавов могут оказывать тепловые электрические и магнитные поля (электропластические [1,2], магнитопластические эффекты [3,4], лазерные методы обработки материалов [5] и т.д.), с помощью которых можно разрабатывать новые методы управления структурночувствительными свойствами металлов и сплавов.

К примеру, одним из перспективных методов обработки алюминиевых сплавов является лазерная наплавка [5]. Экстремальные тепловые условия (создаваемые лазерным нагревом) в зоне термического влияния способствуют формированию сплавов сложного состава. Микроструктура этих областей была изучена методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Результаты исследований показали наличие в них включений на основе MgZn₂ и CuMgZnAl. Более того, на границе рассматриваемых областей могут образовываться и пустоты. Таким образом, подобные воздействия приводят к появлению в сплавах объемных включений.

Формированию и динамике включений в алюминии и его сплавах также посвящено значительное число исследований. К примеру, в [6] были изучены механизмы деформации монокристаллов алюминия при одноосном растяжении в присутствии включений на основе магния и титана. Авторами было зафиксировано изменение механических свойств А1 в присутствии включений (частицы сферической формы добавлялись в виде кристаллов Al при получении материала). При добавлении включений на основе Мд наблюдались высокий уровень механических напряжений на границе раздела Al-Mg и отсутствие дислокационной подвижности. Это приводило к быстрому разрушению кристалла в присутствии таких включений. Что касается кристаллов А1 с включениями на основе Ті, то здесь наблюдался более низкий уровень механических напряжений на межфазной границе Al-Ti. Кроме того, в присутствии Тi-включений фиксировалась высокая подвижность дислокаций, что способствовало преобладанию механизмов пластического разрушения материала [6]. Механизмы разрушения пластических материалов с включениями обсуждались также и в [7]. Авторами были экспериментально определены локальные условия образования пустот для отдельных включений, расположенных перед трещиной. Кроме того, было исследовано условия образования пустот в матрице при наличии разного размера включений [7].

Что касается материалов с ферромагнитными включениями, то они близки по свойствам с так называемыми магнитореологическими материалами. В последних ключевую роль играют "магнитоактивные" частицы, которые добавляют в матрицу. Наличие таких частиц в материале позволяет обратимо изменять его физико-механические свойства под действием внешнего магнитного поля [4]. Возвращаясь к алюминиевым материалам, следует подчеркнуть, что железосодержащие зоны могут образовываться на этапе переработки вторичного алюминия [8]. Известно, что во вторичном алюминии содержится много примесных элементов, таких как Fe, Si, Mg и др. Из-за низкой растворимости в твердом алюминии атомов Fe, они имеют тенденцию при кристаллизации соединяться с алюминием в виде включений, представляющих собой богатые Fe интерметаллические соединения. Такие включения существенно влияют на механические и литейные свойства алюминиевого сплава [8]. Влияние различной формы включений на процессы ползучести и усталости материала были исследованы и в работе [9]. Авторы показали, что, к примеру, эллиптическое включение приводит к появлению большей концентрации напряжений на межфазной границе (по сравнению со сферическим).

Кроме магнитных полей на структуру и свойства алюминиевых сплавов заметное влияние оказывает и электрическое воздействие [10,11]. Например, импульсное воздействие индуцированного тока на механические свойства и микроструктуру сплава Al-Zn-Mg-Cu было тщательно изучено с помощью просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и измерений дифракции обратного рассеяния электронов [11]. Результаты экспериментов показали, что после применения индуцированной электроимпульсной обработки прочность сплава и плотность дислокаций уменьшается, в то время как относительное удлинение значительно увеличивается. Кроме того, незначительно увеличиваются размер зерна и частиц второй фазы. Авторами сделан вывод, что наблюдаемые изменения механических свойств и микроструктуры материала связаны с действием эффекта Джоуля и чисто электрических эффектов, увеличивающих концентрацию вакансий и коэффициент диффузии атомов растворенного вещества, способствующих восстановлению дислокаций, росту фазы осаждения и вращению зерен [11].

В дополнение к непосредственному применению электроимпульсной техники к металлам и сплавам, также было исследовано применение импульсных магнитных полей для влияния на микроструктуру и механические свойства алюминиевых сплавов [12,13]. Физика влияния магнитных полей связывается авторами с индуцированными электрическими токами, силой Лоренца и джоулевыми тепловыми эффектами. Однако детальной проработки механики взаимодействия в работах не приводится.

Таким образом, влияние электрических и магнитных полей на алюминиевые сплавы сложного химического состава представляет интерес как с точки зрения выявления микромеханики взаимодействия в многофазной среде, так и с точки зрения возможности разработки новых методов управления ее структурно-чувствительными свойствами. Поэтому в данной работе будет рассмотрено влияние постоянного электрического тока на особенности процессов ползучести алюминиевых сплавов с микроскопическими ферромагнитными включениями на основе железа.

2. Материалы и методы исследований

В качестве объектов исследования использовались образцы поликристаллического алюминия, вырезанные из плоской ленты в форме двухсторонних лопаток с размерами рабочей части $80 \times 5 \times 2$ mm. Испытания на ползучесть исследуемого сплава определялись на машине рычажного типа WP-600 Creep Testing Machine. В процессе измерений (при комнатной температуре) одновременно с приложением нагрузки (осуществлялось ступенями) проводилась регистрация удлинения образца с помощью микрометра (цена деления 10 мкм), на каждой ступени нагружения. Установка для испытаний обеспечивала постоянство нагрузки в процессе измерения, а также плавность нагружения-разгружения. Изотермический отжиг образцов осуществлялся на воздухе на нагревательном столике с максимальной температурой до T = 473 К. Микроструктура образцов исследовалась с помощью оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Пропускание постоянного электрического тока ($j_{\text{max}} = 2 \cdot 10^6 \text{ A/m}^2$, $t_{\text{max}} = 60$ минут) осуществлялось с помощью стандартного блока питания, после чего обработанные током образцы и образцы-свидетели проходили испытание на ползучесть. Максимальная температура образцов при таком отжиге не превышала 373 К.

Наличие железосодержащих включений было подтверждено методом оптической и просвечивающей электронной микроскопии (использовалась фольга толщиной в 100 μ m). Типичное ПЭМ-изображение приведено на рис. 1, на котором Fe-включения выделены светлыми областями. Полученные атомные спектры свидетельствуют о наличии включений железа (~ 34 at.%) и алюминия (~ 47 at.%). Кроме того, во включении были обнаружены примеси В (~ 8 at.%), Si (~ 6 at.%), Mn (~ 1 at.%) и O (~ 3 at.%). Средний размер зерна в образцах составлял ~ 60 μ m, а средний размер включений $x_i = 5 \mu$ m.



– 5 μm

Рис. 1. ПЭМ-фотография микроструктуры исследуемого образца с включениями.

Магнитные свойства образцов с железосодержащими включениями подтвердились с помощью исследований на SQUID-магнетометре, с помощью которого был обнаружен магнитный гистерезис с коэрцитивной силой 278 kA/m [15].

3. Анализ полученных результатов

Ранее [14,15] было обнаружено влияние постоянных магнитных полей на механические свойства рассматриваемого материала с включениями. Так, после экспозиции образцов в постоянном магнитном поле с индукцией 0.7 Т скорость ползучести поликристаллического Al, содержащего включения $Fe_x Al_{x-1}$ увеличивается до 25%. На используемых в данной работе образцах это также подтверждается.

Одно из наиболее вероятных объяснений обнаруженной магнитопластичности заключается в учете высокой константы магнитострикции сплава $Fe_x Al_{1-x}$. Оценки механических напряжений, возникающих вблизи ферромагнитных микровключений под действием их магнитострикции (~ 650 MPa), показывают, что этих напряжений достаточно для формирования зоны свежевведенных дислокаций вокруг включения при помещении образца в магнитное поле [15].

Таким образом, процессы вблизи межфазных границ являются причиной изменения механических свойств алюминиевой матрицы. Поэтому, иные внешние воздействия, способные влиять на состояние межфазных границ включение—матрица будут приводить к изменению механических свойств кристалла. Одним из таких воздействий является электрический ток. Хорошо известно, что в ряде случаев именно направленное движение заряженных частиц является ключевым фактором образовании и миграции расплавленных включений [16], в том числе в поликристаллах алюминия [17]. Поэтому далее будет рассмотрено влияние электрического тока на процесс пластической деформации образцов при испытании на ползучесть.

Результаты исследования ползучести материала показали, что после пропускания через Аl-сплав электрического тока, образцы продемонстрировали увеличение ползучести на 15% (Δl_2 , рис. 2) по сравнению с образцами-свидетелями (Δl_1 , рис. 2). При этом следует отметить, что ползучесть образцов после простого отжига (при той же температуре T = 333 K), что и с электрическим током оказалась выше (Δl_3 , рис. 2).

Для оценки возникающих напряжений на границах включений с алюминиевой матрицей при протекании тока тепловые градиенты возникают за счет разницы удельных сопротивлений матрицы ρ_m и включения ρ_i . Разница в величинах ρ_m и включения ρ_i приводит к появлению локальных областей с неравномерным выделением тепла (рис. 3). Тепло, выделившееся в проводнике при протекании тока, определяется выражением

$$w = \sigma E^2, \tag{1}$$

где $\sigma = \frac{1}{\rho}$ — проводимость среды, ρ — удельное сопротивление; E — напряженность электрического поля. Величина E_i во включении рассчитывалась по следующему выражению [18]:

$$E_i = \frac{3\rho_i}{2\rho_i + \rho_m} E_m,\tag{2}$$

где E_m — напряженность электрического поля в матрице при протекании тока плотностью $j = 2 \cdot 10^6 \text{ A/m}^2$.



Рис. 2. Кривые деформации ползучести образцов при одноосном растяжении с внешней нагрузкой $\sigma = 150$ MPa при комнатной температуре. Перед деформированием: I — образецсвидетель, без дополнительных внешних воздействий; 2 — образец после обработки электрическим током $j = 2 \cdot 10^6$ A/m² в течение 30 min на воздухе, температура образца в процессе обработки составляла 333 K; 3 — образец после отжига при T = 333 K в течении 30 min на воздухе; 4 — образец после предварительной экспозиции в постоянном магнитном поле при комнатной температуре в течении 30 min на воздухе при комнатной температуре.



Рис. 3. Изображение линий напряженности электрического поля в среде с включением (a) и распределение температуры во включении и на границе включение—матрица (b).

Расчеты напряженности поля дают следующие значения для матрицы $E_m = 5.6 \cdot 10^{-3}$ V/m и для включений $E_i = 7.3 \cdot 10^{-3}$ V/m при значении удельных сопротивлений для матрицы $\rho_m = 2.7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ и для включений $\rho_i = 9.7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$.

Проведенные оценки показывают, что в первые моменты протекания тока матрица прогреется сильнее включения, что может являться причиной возникновения температурного градиента на межфазной границе матрица—включение. Однако, исходя их оценки характерного времени прогрева включения средним размером x_i за время воздействия τ_i по уравнению

$$x_i = \sqrt{a_i \tau_i},\tag{3}$$

(где $a = 30 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ — температуропроводность включения [19]) показывает, что характерное время τ_i составляет порядка микросекунд. Поэтому тепловые неоднородности в момент включения не дают существенного вклада в изменение механических свойств матрицы.

Для оценки механических напряжений в алюминии вблизи включений воспользуемся известной оценкой [20]:

$$\sigma_m = E_m(\alpha_m - \alpha_i)\Delta T. \tag{4}$$

Здесь и далее $E_m = 71$ GPa, $\alpha_m = 24 \cdot 10^{-6}$ 1/K, $\alpha_i = 12 \cdot 10^{-6}$ 1/K — модуль упругости, тепловые коэффициенты линейного расширения алюминиевого сплава и материала включения соответственно [19]. Оценка по уравнению (4) для рассматриваемой системы матрица- включение дает значение возникающих термических напряжений в матрице $\sigma_m = 35$ MPa (для Al-сплава $\sigma_{0.2} = 60$ MPa [19]). В этом соотношении

Параметры материалов, используемые при математическом моделировании

Материал	K, W/($\mathbf{m} \cdot \mathbf{K}$)	C, J/(kg · K)	α, 1/R
Al	237	897	$\begin{array}{c} 24 \cdot 10^{-6} \\ 12 \cdot 10^{-6} \end{array}$
Fe	80.4	460	

не учитываются толщины материалов и нелинейный характер зависимости α_m и α_i от температуры.

Для дополнительной оценки величины возникающих термоупругих напряжений в алюминиевой матрице при наличии включений применялось численное моделирование с помощью конечноэлементного анализа в программе Ansys. При постановке задачи и построении модели принималось, что образец, содержащий включение, в процессе внешнего воздействия прогревается равномерно до температуры $T_2 = 333$ К (начальная температура системы $T_1 = 293$ К). Так в модели задавалась температурная нагрузка. Закрепление пластины производилось по периметру пластины. Параметры материалов матрицы и включения, задаваемые в расчетную модель, сведены в таблицу.

Температурная задача решалась с использованием элемента plane 55 (элемент имеет четыре узла с одной степенью свободы в каждом узле; как правило, применяется при моделировании двумерного, стационарного или переходного термического анализа). Для прочностной задачи применялся элемент plane 182 (используется для двумерных твердотельных структур при моделировании деформаций упругих материалов; как правило, определяется четырьмя узлами с двумя степенями свободы в каждом узле: перемещения в узловых направлениях x и y). В расчете было задействовано 2462 элемента и 2534 узла. Результаты моделирования изображены на рис. 4.

Нетрудно видеть, что в исследуемой расчетной модели при заданном температурном режиме возникающие напряжения не противоречат сделанным оценкам по уравнению (3). Графики распределения напряжений в районе межфазной границы включение—матрица изображены на рис. 5. Из полученных расчетных результатов можно определить характерный размер зоны (вблизи межфазной границы) с максимальным уровнем механических напряжений и деформаций $x_d \sim 2 \mu m$.

Таким образом, в рассматриваемых образцах возникающие термоупругие механические напряжения $\sigma_T \approx \sigma_m$ ниже напряжений $\sigma_{0.2}$, при которых начинает развиваться пластическая деформация.

Однако наблюдаемые экспериментально зависимости свидетельствуют об увеличении ползучести образцов как после простого изотермического отжига, так и после электроотжига. Для объяснения наблюдаемых экспериментальных результатов необходимо учесть, что результирующее механическое напряжение, действующее



Рис. 4. Результаты численного моделирования термических напряжений двухфазной металлической системы при установившейся температуре T = 333 K.



Рис. 5. Распределение напряжений по длине образца (I — зона включения, II — матрица) при установившейся температурах: $I - T_1 = 303 \text{ K}; 2 - T_2 = 313 \text{ K}; 3 - T_3 = 323 \text{ K}; 4 - T_4 = 303 \text{ K}.$ Начало координат соответствует геометрическому центру включения.

в кристалле σ_{in}

$$\sigma_{in} = \sigma_s + \sigma_T \tag{4}$$

складывается из остаточных напряжений в материале σ_s (обусловлены технологией изготовления полосы методом горячей прокатки) и напряжений тепловой природы σ_T . Поэтому результирующая величина σ_{in} может заметно превышать напряжение $\sigma_{0.2}$ матрицы.

В этом случае в матрице будут генерироваться дислокации, скольжение которых приведет к пластической

деформации со скоростью (по сравнению с неотожженным образцом) [21]:

$$\dot{\varepsilon} = \rho_d b v_d,\tag{5}$$

и, как следствие, к увеличению ползучести. Здесь ρ_d — плотность дислокаций, b — модуль вектора Бюргерса, v_d — скорость дислокаций.

Релаксация остаточных напряжений в этом случае определяется температурой отжига, а не его продолжительностью [21]. При напряжениях σ_{in} меньше предела текучести, не происходит массового размножения и массового скольжения дислокаций. Медленное пластическое течение осуществляется перемещением ограниченного числа легкоподвижных дислокаций в поле действия различных препятствий (точечными дефектами, дислокационными сплетениями, дисперсными частицами, границами зерен).

Следует подчеркнуть, что экспериментально не выявлено существенных различий между влиянием предварительного изотермического отжига (T < 335 K) образцов и их электроотжигом ($j < 3 \cdot 10^6$ A/m²), что свидетельствует о "тепловой" природе воздействия электрического тока. Для подтверждения этого проводился ряд опытов, в которых фиксировалась температура образца, но изменялась плотность электрического тока. Результаты этой серии опытов приведены на вставке к рис. 6. Видно, что при фиксированной температуре образцов $T = 333 \pm 5$ К изменение плотности тока j, протекающего через образец, не приводит к заметному изменению характера ползучести материала (вставка, рис. 6).



Рис. 6. Зависимость температуры образца (1) и абсолютного удлинения (2) от величины силы электрического тока. Сечение образцов составляло 5×2 mm. На вставке: зависимость абсолютного удлинения образца от величины проходящего через него силы тока в условиях поддержания постоянной температуры T = 333 K.

В случае электроотжига без теплоотвода увеличение величины *j* способствовало нагреву образца и при последующем нагружении приводило к увеличению его ползучести (рис. 6).

4. Заключение

В работе рассмотрены вопросы ползучести алюминиевого сплава, содержащего железосодержащие включения. Экспериментально показано, что предварительные воздействия (экспозиция в постоянном магнитном поле, пропускание постоянного электрического тока, изотермический отжиг) перед испытанием образцов на ползучесть способствуют ее увеличению. Наблюдаемые изменения связаны с областями локальной пластической деформации вблизи межфазной границы раздела включение-матрица. По результатам расчетов и математического моделирования методом конечно-элементного анализа была проведена оценка возникающих термоупругих напряжений $\sigma_T \sim 35$ MPa. В работе отмечается, что наблюдаемое увеличение ползучести определяется результирующим действием остаточных напряжений и напряжениями тепловой природы. Полученные оценки показывают, что предварительный электроотжиг образцов способствует созданию дополнительных локальных источников деформации на межфазных областях, приводящих к локальному увеличению числа подвижных дислокаций. На основании численного моделирования проведена оценка характерного размера таких областей $(\sim 2\mu m)$. Отмечается, что термоупругие деформации на границе раздела фаз могут быть основной причиной изменения механических свойств многофазных металлических с микроскопическими включениями.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки вузам (рег.№ заявки 1022040800179-4).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Y.-C. Liu, S.-K. Lin. JOM 71, 9, 3094 (2019).
- [2] X. Zhang, S. Xiang, K. Yi, J. Guo. Acta Metallurgica Sinica 58, 5, 581 (2022).
- [3] A. Kumar, A. Arockiarajan. J. Magn. Magn. Mater. 546, 168821 (2022).
- [4] M.H. Ahmad Khairi, S.A. Mazlan, N.M. Hapipi, N. Nordin. Adv. Eng. Mater. 21, 3, 1800696 (2019).
- [5] J. Wang, I. Timokhina, K. Sharp, A. Shekhter, Q. Liu. Surf. Coatings Technol. 445, 128726. (2022).
- [4] S.-H. Peng, J.-J. Yang, Y. Li. J. Plasticity Eng. 21, 3, 85 (2014).
- [5] A. Lebied, B. Necib, M. Sahli. Mech. Mech. Eng. 21, 2, 233 (2017).
- [6] A. Rajput, P.S. Kumar. J. Alloys Comp. 869, 159213 (2021).
- [7] I. Sabirov, O. Kolednik. Scripta Mater. 53, 12, 1373 (2005).
- [8] Y. Sun, X. Huang, C. Liu, M. Zhou, Z. Xinfang. J. Alloys Comp. 934, 10, 167903 (2023).
- [9] N. Hou, K. Yang. Proced. Eng. 17, 292 (2011).
- [10] O.B. Skvortsov, V.I. Stashenko, O.A. Troitsky. Lett. Mater. 11, 4, 473 (2021).
- [11] A. Xiao, C. Huang, X. Cui, Z. Yan, Z. Yu. J. Alloys Comp. 911, 165021 (2022).
- [12] J. Luo, H. Luo, C. Liu, T. Zhao, R. Wang, Y. Ma. Mater. Sci. Eng. A 798, 139990 (2020).
- [13] D. Du, James C. Haley, A. Dong, Y. Fautrelle, D. Shu, G. Zhu, X. Li, B. Sun, E. Lavernia. J. Mater. Des. 181, 107923 (2019).
- [14] A. Skvortsov, D. Pshonkin, E. Kunitsyna, R. Morgunov,
 E. Beaugnon, J. Appl. Phys. 125, 2, 023903 (2019).
- [15] A.A. Skvortsov, D.E. Pshonkin, M.N. Luk'yanov, M.R. Rybakova. J. Mater. Res. Technol. 8, 3, 2481 (2019).
- [16] A.A. Skvortsov, N.A. Khripach, B.A. Papkin, D.E. Pshonkin. Microelectron. Int. 35, 4, 197 (2018).
- [17] A.A. Skvortsov, V.E. Muradov, E.A. Kashtanova. Tech. Phys. Lett. 37, 6, 507 (2011).
- [18] Д.К. Белащенко, А.М. Орлов, В.И. Пархоменко. Неорган. материалы **11**, *10*, 1728 (1975).
- [19] Физические величины. Справочник. / Под. ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. Энергоатомиздат, М. (1991). 1232 с.
- [20] Л.С. Синёв. Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана, М., 12, 946 (2014).
- [21] А.Н. Орлов Введение в теорию дефектов в кристаллах. Высш. шк., М. (1983). 144 с.

Редактор К.В. Емцев