

## Начальная стадия процесса залечивания пор и трещин в поликристаллических металлах в условиях всестороннего сжатия

© А.И. Петров, М.В. Разуваева

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: an.petrov@mail.ioffe.ru

Изучены закономерности влияния всестороннего давления и температуры на поры и трещины по границам зерен в поликристаллических металлах. Для исследования залечивания несплошностей использовались высокочувствительный метод измерения плотности, сканирующая электронная и оптическая микроскопия. Полученные результаты обсуждаются на основе существующих представлений о кинетике процесса залечивания под давлением при различных температурах.

Микропоры и трещины, которые образуются в процессе компактирования, обработки и эксплуатации материалов под нагрузкой, заметно ухудшают их физико-механические характеристики. Известно, что залечивание таких дефектов позволяет улучшить свойства материалов и восстановить их эксплуатационные характеристики [1–6]. Установлено, что одним из эффективных способов залечивания является воздействие всестороннего давления [4–6]. В связи с этим представляется важным выявление особенностей, механизма залечивания и определение физических параметров, контролирующих процесс залечивания несплошностей под давлением.

Механизм залечивания под давлением существенно зависит от температуры. При комнатной температуре реализуется дислокационный механизм залечивания. Согласно [7–9], вблизи пор в результате приложения давления возникают сдвиговые напряжения, под действием которых закрепленные участки дислокаций с краевой ориентацией у поверхности поры становятся источниками новых дислокаций. При напряжении больше критического формируется дислокационная петля и происходит смещение границы поры на величину вектора Бюргерса. Наиболее полно дислокационный механизм залечивания исследован для пор в ЩГК [7–10]. Теория и эксперимент показали, что зависимость стабилизированного размера поры  $R$  от давления  $P$  описывается уравнением [7]

$$1 - (R/R_0)^3 = C P^{1/4} \frac{(P - P^*)}{G} \sim P^{5/4}, \quad (1)$$

где  $R_0$  — начальный размер поры,  $C$  — постоянная,  $P^*$  — пороговое давление,  $G$  — модуль сдвига.

Показано [11–13], что уравнение (1) выполняется и для металлических монокристаллов: размер сферических или пирамидальных полостей на поверхности монокристаллов Pb, In, Sn зависит от давления также, как в ЩГК. Для поликристаллических металлов подобное исследование не проводилось.

С ростом температуры механизм залечивания пор под давлением изменяется. В ЩГК процесс залечивания в начале происходит за счет эмиссии и скольжения дислокаций, а при больших временах действия давления он контролируется рождением точечных дефектов, ответственных за растворение дислокационных петель [9].

Для поликристаллических металлов и сплавов при температурах  $T \geq 0.5T_m$  ( $T_m$  — температура плавления) залечивание зернограничных пор под давлением осуществляется только за счет диффузионных процессов с энергией активации  $E_a$ , равной энергии зернограничной диффузии [14]. Оценки  $E_a$  в указанной работе проводились на второй, стационарной стадии; начальная стадия процесса залечивания пор под давлением при высоких температурах не анализировалась.

В данной работе исследовалась кинетика залечивания пор (в том числе и одиночных) и трещин под давлением в поликристаллических металлах в широкой области температур (от комнатной до  $0.77T_m$ ). Цель работы состояла в выяснении справедливости уравнения (1) для поликристаллов в области дислокационного механизма залечивания пор. В области диффузионного механизма изучались особенности залечивания на начальном (нестационарном) участке кривой залечивания пористости. Анализировались также условия перехода от дислокационного к диффузионному механизму.

В работе исследовались Al (99.4%), Zn (99.9%), Cu (99.8%), Ni (99.6%), Fe (содержание углерода менее 0.01%). Для создания пористости образцы растягивались в режиме высокотемпературной ползучести либо наводоуживались (Fe). Испытания на ползучесть проводились при температурах 460, 320, 500, 800°C и напряжениях 3.5, 2.5, 12.5, 20 МПа для Al, Zn, Cu, Ni соответственно. Рабочая часть образцов имела размер  $5 \times 5 \times 40$  мм. Образцы Fe в виде цилиндров диаметром 15 мм и высотой 20 мм наводоуживались при 400°C и давлении 20 МПа в течение 20 h. Образцы перед испытанием подвергались рекристаллизационному отжигу. Степень пористости образцов  $W$  определялась методом гидростатического взвешивания с точностью  $5 \cdot 10^{-4}$  как величина относительного разуплотнения  $(\rho_0 - \rho)/\rho_0$ , где  $\rho_0$  — плотность исходных образцов,  $\rho$  — плотность образцов после испытания. Размер и форма микронесплошностей определялись с помощью оптической (Neophot-21) и сканирующей (JEM-35) микроскопии. Микроскопические исследования показали, что как при испытании на ползучесть, так и при наводоуживании микронесплошности локализуются преимущественно в

границах зерен и имеют средний размер около  $10\ \mu\text{m}$ . Микронесплошности в Al обладали сферической формой, в Fe наблюдались плоские микротрещины, а для остальных металлов было характерно сочетание пор и трещин. Максимальная степень пористости составляла несколько процентов.

Часть опытов по залечиванию при комнатной температуре была проведена на одиночных „порах“ диаметром 0.5 и 1 мм, которые создавались при сверлении отверстий в образцах Al на глубину 1 и 2 мм соответственно. После отжига отверстия закрывались пластиной из Al на оловянном припое.

Залечивание пористости проводилось в камере высокого давления с внешним подогревом до  $260^\circ\text{C}$ . В качестве среды, передающей давление, использовалось силиконовое масло.

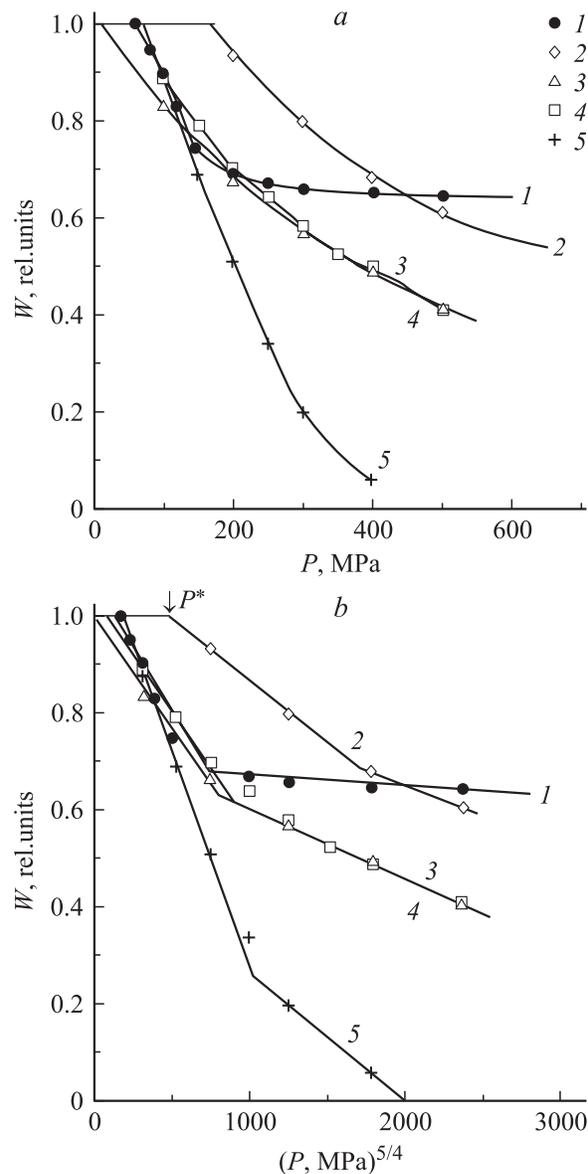
Рассмотрим экспериментальные данные, полученные при комнатной температуре, т.е. в области дислокационного механизма залечивания пор, для поликристаллических металлов [15]. На рис. 1, *a* показана зависимость пористости (за единицу принято значение пористости  $W_0$  исходных образцов) от величины приложенного давления. Видно, что с ростом давления, начиная с некоторого порогового  $P^*$ , наблюдается уменьшение степени пористости: кривая залечивания с ростом давления становится заметно более пологой. Измерения показали также, что зависимость пористости от давления для зернограничных пор в Al (кривая 5) практически совпадает с зависимостями, полученными для одиночных „пор“ диаметром 0.5 и 1 мм.

Как и в [7], время выдержки под давлением при  $18^\circ\text{C}$  в интервале от нескольких минут до нескольких часов практически не влияет на величину пористости (данные для Zn приведены на рис. 4, кривая 4).

Микроскопические измерения показали, что уменьшение степени пористости с ростом давления обусловлено микропластической деформацией вблизи несплошностей, приводящей к уменьшению их размера. Снижение пористости в образцах Fe происходит за счет уменьшения поперечного (перпендикулярного границам зерна) размера трещин, размер трещин вдоль границ практически не меняется даже при давлениях  $P = 1000\ \text{MPa}$ .

На рис. 1, *b* кривые залечивания пористости под давлением, приведенные на рис. 1, *a* в соответствии с уравнением (1) представлены в координатах  $W/W_0 - P^{5/4}$ . Отметим, что, поскольку  $W = N\bar{R}^3$  (где  $\bar{R}$  — средний размер пор,  $N$  — их концентрация), отношение  $W/W_0 = (\bar{R}/\bar{R}_0)^3$ .

Результаты такого построения свидетельствуют о том, что закон  $(1 - W/W_0) \sim P^{5/4}$  для поликристаллов выполняется только на начальной стадии залечивания в сравнительно небольшом интервале давлений, составляющем, например, 65–265 и 145–390 МПа для Al и Ni соответственно. При больших давлениях прямые на рис. 1, *b* обнаруживают излом. Зависимость наклона начального участка кривой залечивания  $\alpha = \Delta W/\Delta P^{5/4}$  от

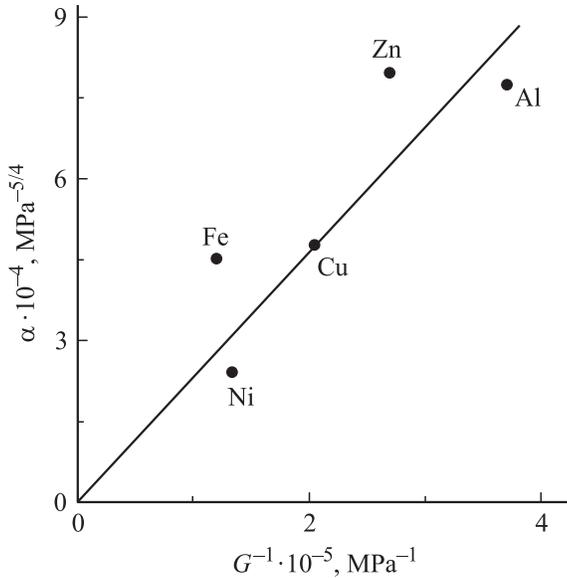


**Рис. 1.** Зависимость относительного изменения пористости от давления для разных поликристаллических металлов в координатах  $W-P$  (*a*) и  $W-P^{5/4}$  (*b*). 1 — Zn, 2 — Ni, 3 — Fe, 4 — Cu, 5 — Al.

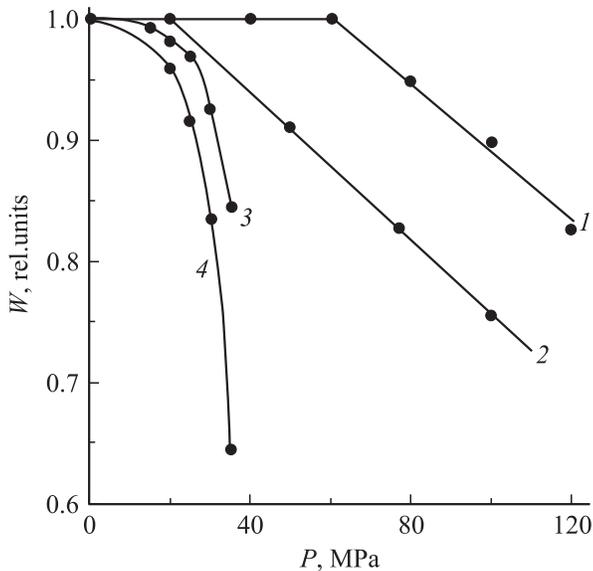
величины, обратной модулю сдвига  $G$ , для исследованных металлов приведена на рис. 2. Линейный характер полученной зависимости указывает на то, что закономерность (1) справедлива и для поликристаллических металлов. Отклонение от (1) при больших давлениях может быть связано, как и для монокристаллов [9], с полигонизацией областей кристалла, прилегающих к порам. Следует также отметить, что уравнение (1) получено для идеализированного случая, когда процесс залечивания определяется движением дислокационных петель в бездефектной матрице, т.е. уравнение (1) не учитывает реальных дефектов материала: дислокаций, примесных атомов, включений, границ блоков и зерен.

В то же время эти дефекты могут заметно влиять на кинетику залечивания под давлением.

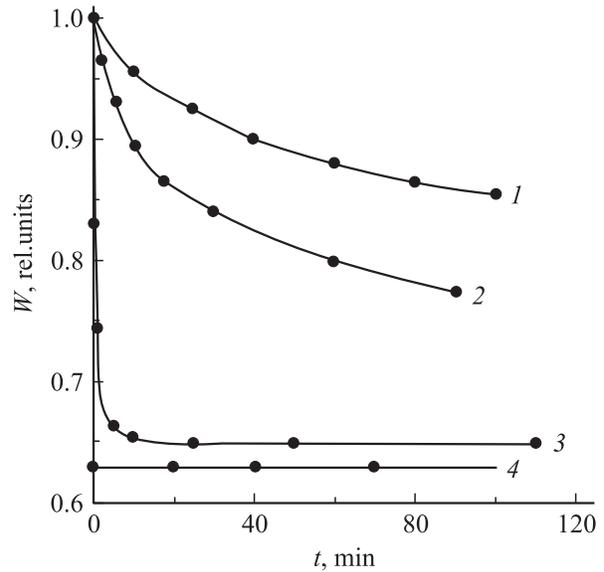
Таким образом, залечивание несплошностей в поликристаллических металлах в условиях всестороннего давления носит пороговый характер и практически не зависит от времени действия давления. На начальной стадии, при сравнительно невысоких давлениях, зависимость степени залечивания от величины давления соответствует полученному ранее выражению (1), справедливость которого была установлена для различных монокристаллов. Изменение размера пор в диапазоне



**Рис. 2.** Зависимость наклона начального участка зависимостей  $W-P^{5/4}$  от величины, обратной модулю сдвига.



**Рис. 3.** Зависимость пористости в цинке от давления при температурах 18 (1), 93 (2), 210 (3) и 260°C (4). Время отжига 0.5 h.



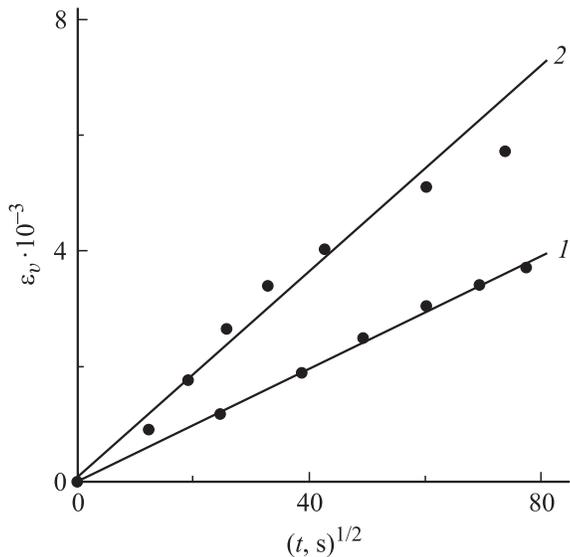
**Рис. 4.** Зависимость пористости от времени отжига в цинке при различных температурах и давлениях. 1 — 210°C, 2 — 260°C ( $P = 30$  MPa), 3 — 93°C,  $P = 130$  MPa, 4 — 18°C,  $P = 180$  MPa.

0.01–1 mm практически не сказывается на кинетике залечивания.

Рассмотрим данные по залечиванию пор под давлением при повышенных температурах. На рис. 3 приведены результаты измерения  $W$  в зависимости от  $P$  для Zn в интервале температур 18–260°C. Видно, что при постоянном времени залечивания  $t$  рост температуры заметно ускоряет процесс залечивания пористости. При повышении температуры изменяется и кинетика залечивания пор (рис. 4). Как уже отмечалось, при 18°C время выдержки под давлением не влияет на величину  $W$ . При 93°C наблюдается незначительное изменение пористости при временах выдержки под давлением до 5 min. Обработка данных, полученных при 93°C, показала, что и в этом случае зависимость пористости от давления описывается уравнением (1), причем наклон начального линейного участка  $\alpha$  такой же, как и при 18°C:  $8 \cdot 10^{-4} \text{ MPa}^{-5/4}$ . Величина порогового давления  $P^*$  заметно уменьшается: от 64 MPa при 18°C до 15 MPa при 93°C.

При температурах 210 и 260°C зависимость пористости от времени наблюдается уже при всех временах выдержки под давлением. Кривые залечивания  $W-t$  при этих температурах состоят из начального, затухающего со временем участка и следующего за ним участка с постоянной скоростью изменения  $W$ .

Из приведенных на рис. 3, 4 данных следует, что величина объемной пластической деформации сжатия образцов  $\epsilon_v = W_0 - W$ , обусловленная залечиванием пористости при температурах 100–260°C, зависит от давления, времени действия давления и температуры. Обработка полученных данных (рис. 5–7) показала, что на



**Рис. 5.** Зависимость объемной деформации сжатия образцов от времени отжига при постоянном давлении  $P = 30$  МПа и температурах 210 (1), 260°С (2).

начальном участке залечивания справедливы следующие соотношения:

$$\varepsilon_v|_{T,P=\text{const}} = C_1 t^{1/2}, \quad (2)$$

$$\varepsilon_v|_{T,t=\text{const}} = C_2 P^n, \quad (3)$$

$$\varepsilon_v|_{P,t=\text{const}} = C_3 \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right), \quad (4)$$

где  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  — постоянные,  $n = 3.7$ , а величина энергии активации процесса залечивания  $E_a$  (по данным рис. 4 и 7) составляет  $65 \pm 5$  кДж/моль, т.е. близка к энергии граничной диффузии в Zn ( $E_b = 61.3$  кДж/моль) [16].

Таким образом, при температурах свыше 100°С процесс залечивания зернограничных пор под давлением в Zn контролируется диффузией вакансий от пор на стоки по границам зерен.

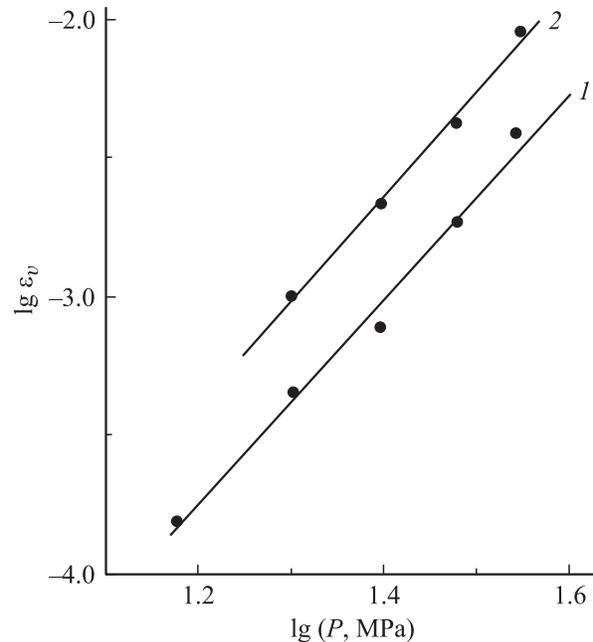
Исходя из соотношений (2)–(4) зависимость деформации  $\varepsilon_v$  от параметров  $T$ ,  $t$ ,  $P$  в общем случае может быть записана в виде

$$\varepsilon_v(T, t, P) = A P^n (D_b t)^{1/2}, \quad (5)$$

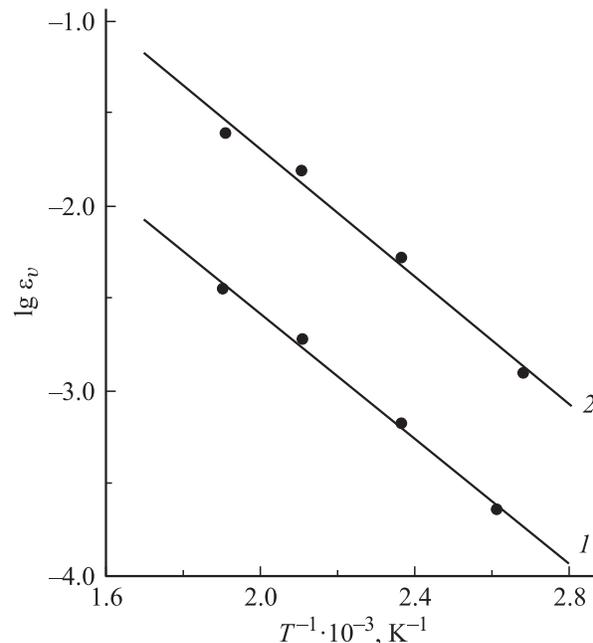
где  $A$  — постоянная,  $D_b = 3 \cdot 10^{-5} \exp(-E_b/kT)$  — коэффициент граничной диффузии (в  $\text{m}^2/\text{s}$ ) [16].

Для проверки справедливости выражения (5) все экспериментальные зависимости, полученные при температурах 100–260°С и разных  $P$  и  $t$ , были построены в координатах приведенная деформация  $\varepsilon_v/(D_b t^{1/2})$  — давление  $P$ . Как видно из рис. 8, а, все точки хорошо укладываются на общую кривую. Обработка данных рис. 8, а в логарифмических координатах (рис. 8, б) показала, что наклон полученной прямой не зависит от условий испытания и составляет  $3.66 \pm 0.05$ , что совпадает с приведенной выше оценкой этой величины.

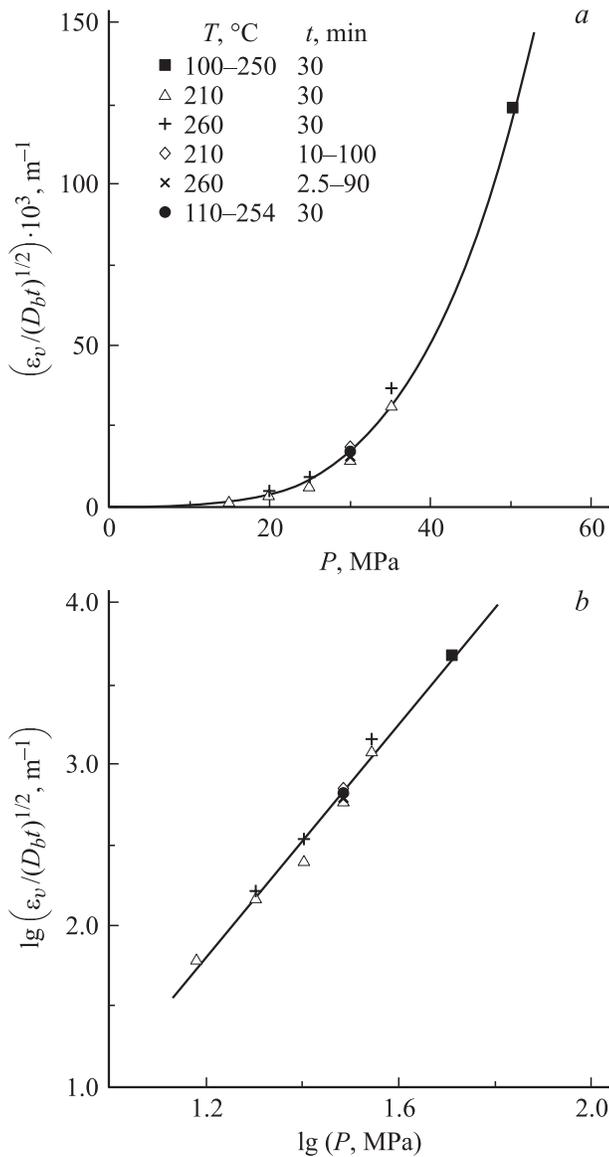
Таким образом, из полученных данных следует, что дислокационный механизм залечивания пор под давлением реализуется в Zn при температурах 18–93°С, а диффузионный механизм — в области температур 100–260°С. Следовательно, изменение механизма залечивания (с дислокационного на диффузионный) происхо-



**Рис. 6.** Зависимость объемной деформации сжатия от давления в цинке при постоянном времени отжига 0.5 h и температурах 210 (1) и 260°С (2).



**Рис. 7.** Зависимость объемной деформации сжатия в цинке от температуры при постоянном времени отжига 0.5 h и давлениях 30 (1) и 50 МПа (2).



**Рис. 8.** Зависимость приведенной деформации сжатия пористого цинка от давления в интервале температур 100–260°C при времени отжига 2.5–100 min (a). b — та же зависимость в логарифмических координатах.

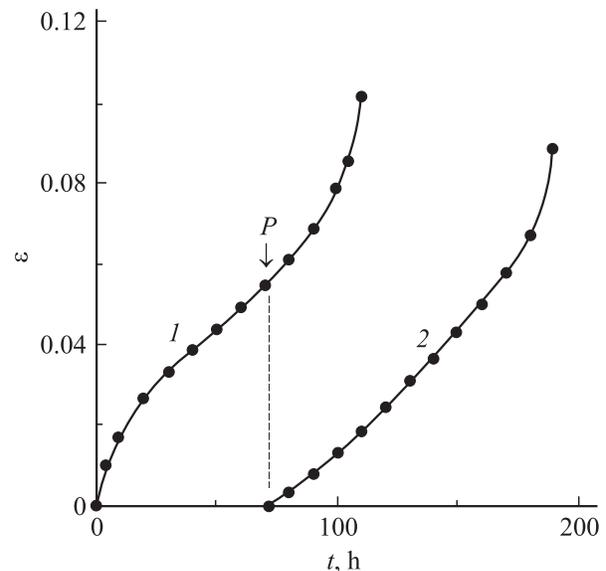
дит в Zn при температуре около 100°C. Указанная температура практически совпадает с температурой начала рекристаллизации в деформированном Zn вследствие миграции границ зерен. Это обстоятельство позволяет предположить, что поглощение вакансий, испущенных порами под давлением, происходит на движущихся в процессе рекристаллизации границах. Например, вакансии поглощаются переползающими участками зернограничных дислокаций с краевой ориентацией. Залечивание пор по такому механизму будет происходить до тех пор, пока пора остается на границе. Пory, перешедшие в тело зерна при уходе от них границы, залечиваться не будут. Металлографические данные показали, что при температуре 260°C и больших временах выдержки под

давлением наблюдается заметное (в 2–3 раза) увеличение размера зерна, а также увеличение количества пор в теле зерна. Указанный эффект наблюдался ранее для сплава Ni + 2% Cr [14].

Из полученных данных следует, что переход от одного механизма залечивания к другому происходит в Zn в узком температурном интервале  $\Delta T \cong 7 \text{K}$  при температуре  $T = 0.54 T_m$  (в К). Как и для других изученных ранее металлов, диффузионный механизм в Zn на ранних стадиях залечивания связан с граничной диффузией вакансий. Обнаруженная в работе степенная зависимость степени залечивания от давления ( $n = 3.7$ ), как и в случае высокотемпературной ползучести [17], может быть обусловлена влиянием напряжений, возникающих в результате приложения давления вблизи пор, а также вследствие анизотропии сжимаемости цинка, на скорость переползания зернограничных дислокаций.

Слабая зависимость  $W$  от  $t$ , выявленная при 93°C вероятно, является следствием поперечного скольжения дислокаций. Действительно, оценка активационного объема  $\Delta V$ , полученная на основании  $W(t)$  при 93°C и давлениях 130 и 100 МПа, показала, что величина  $\Delta V$  составляет  $(8-10)b^3$ . Согласно [18], величина активационного объема, необходимого для поперечного скольжения, составляет  $l_a b^3 \geq d b^3 = 7b^3$  ( $l_a$  — активационная длина, т.е. расстояние, на которое стягивается расщепленная винтовая дислокация, прежде чем испытать поперечное скольжение;  $d = 7b$  — ширина расщепленной дислокации в базисной плоскости Zn).

Как отмечалось выше, залечивание пор под давлением ведет к улучшению прочностных и упругих характеристик металлов. Приложение давления является также эффективным способом восстановления ресурса долговечности металлов и сплавов, испытываемых в режиме



**Рис. 9.** Влияние промежуточного воздействия давления  $P \cong 1250 \text{MPa}$  на ползучесть никеля при  $T = 800^\circ\text{C}$  и  $\sigma = 20 \text{MPa}$ .

высокотемпературной ползучести. В качестве примера такого воздействия рассмотрим данные, полученные для никеля. На рис. 9 приведены исходная кривая ползучести ( $I$ ) и кривая ползучести после залечивания под давлением ( $2$ ). Давление прикладывалось на стационарной стадии крипа после разгрузки и охлаждения образцов до комнатной температуры. Последующие испытания проводились при той же величине растягивающего напряжения. Из этих данных видно, что приложение давления привело к полному восстановлению долговечности и заметно повлияло на ползучесть никеля. После залечивания под давлением увеличилась продолжительность стационарной стадии крипа и уменьшалась длительность участка с возрастающей скоростью ползучести. На величину стационарной скорости крипа давление не оказало заметного влияния. Наблюдаемый эффект восстановления долговечности и ползучести связан, вероятно с уменьшением зернограничной пористости, а не с ростом плотности дислокаций вблизи границ, поскольку избыточные дислокации должны отжигаться при последующем (после приложения давления) медленном нагреве ненагруженного образца до температуры испытания.

Анализ данных о влиянии всестороннего давления и температуры на залечивание пор по границам зерен в металлах позволяет сделать следующие выводы.

1) При комнатной температуре в поликристаллических металлах под давлением реализуется дислокационный механизм залечивания пор. Зависимость пористости от давления на начальных стадиях залечивания описывается уравнением, полученным ранее для монокристаллов.

2) Дислокационный механизм залечивания сменяется диффузионным при температуре, составляющей для Zn  $0.54 T_m$  (в К).

3) На начальном (нестационарном) участке залечивания пористости в Zn при повышенных температурах получено эмпирическое выражение, связывающее изменение пористости с коэффициентом граничной диффузии, величиной и временем действия давления.

## Список литературы

- [1] А.И. Петров, А.М. Карташов, У.Н. Ажимуратов, В.И. Бетехтин. ФХММ 3, 109 (1984).
- [2] Н. Burt, J.P. Dennison, I.G. Elliot, B. Wilshire. Mater. Sci. Eng. 63, 245 (1982).
- [3] V. Sclenicka, K. Kucharova, J. Chadek, V.I. Betehtin, A.G. Kadomtsev, A.I. Petrov. Kovove Mater. (Bratislava) 26, 4, 274 (1988).
- [4] В.И. Бетехтин, А.И. Петров, Ю.А. Буренков, А.М. Карташов, У.Н. Ажимуратов, А.Г. Кадомцев, В. Скленичка. ФММ 67, 3, 564 (1989).
- [5] В.И. Бетехтин, А.И. Петров, Н.К. Орманов, В. Скленичка, В.И. Монин, А.Г. Кадомцев, В.В. Коноваленко. ФММ 67, 2, 318 (1989).
- [6] В.И. Бетехтин, А.И. Петров, А.Г. Кадомцев, Н.К. Орманов, М.В. Разуваева, В. Скленичка. ФММ 68, 5, 175 (1990).
- [7] Я.Е. Гегузин, В.Г. Кононенко. ФТТ 15, 12, 3550 (1973).
- [8] H.E. Evans, G.K. Walker. Met. Sci. J. 4, 210 (1970).
- [9] Я.Е. Гегузин, В.Г. Кононенко. Физика и химия обраб. материалов 2, 60 (1982).
- [10] R.A. Evans, A.S. Wronski, B.A. Redjern. Phil. Mag. 29, 1381 (1974).
- [11] Г.П. Унит, Я.Е. Маникс, И.П. Маника. Изв. Латв. ССР. Сер. физ. и техн. наук 5, 15 (1980).
- [12] Г.П. Унит, Я.Е. Маникс, И.П. Маника. Изв. Латв. ССР. Сер. физ. и техн. наук 6, 31 (1982).
- [13] Г.П. Унит, Я.Е. Маникс, И.П. Маника. Изв. Латв. ССР. Сер. физ. и техн. наук 6, 36 (1982).
- [14] R.A. Stevens, P.E.J. Flewitt. Acta Met. 27, 1, 67 (1979).
- [15] А.И. Петров, М.В. Разуваева. ЖТФ 72, 8, 130 (2002).
- [16] К.Дж. Смитлз. Металлы. Металлургия, М. (1980). 446 с.
- [17] В.М. Розенберг. Основы жаропрочности металлических материалов. Металлургия, М. (1973). 325 с.
- [18] Ж. Фридель. Дислокации. Мир, М. (1967). 644 с.