# 01;05 Внутреннее трение сплавов, обусловленное пластичностью диффузионного фазового превращения

#### © В.М. Аржавитин

Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт" НАН Украины, 61108 Харьков, Украина e-mail: finkel@kipt.kharkov.ua

(Поступило в Редакцию 12 июля 2006 г. В окончательной редакции 3 ноября 2006 г.)

Получено аналитическое выражение для временной зависимости внутреннего трения  $Q^{-1}(t)$  сплавов, обусловленного пластичностью фазового превращения. Временные зависимости внутреннего трения  $Q^{-1}(t)$  сплавов Pb-62Sn и Pb-1.9Sn (wt.%) исследовались в режиме непрерывного возбуждения резонансных изгибных колебаний. В течение 1 h измерения  $Q^{-1}(t)$  при комнатной температуре и фиксированной амплитуде деформации  $\varepsilon_0 \approx 10^{-3}$  обнаружены вначале экспоненциальное падение, а затем (при  $t_m \approx 7$  и 19 min) два максимума внутреннего трения сплава Pb-62Sn. В тех же условиях эксперимента обнаружены вначале экспоненциальное падение, а затем (при  $t_m \approx 7$  min) один максимум внутреннего трения сплава Pb-1.9Sn. Численными методами показано, что перечисленные особенности внутреннего трения формируются процессами прерывистого фазового распада сплавов Pb-Sn в поле циклических напряжений, созданном внешней нагрузкой. По экспериментальным данным  $Q^{-1}(t)$  восстановлены кинетические кривые "степень распада–время" и вычислены соответствующие им значения параметров K и n кинетического уравнения Аврами для сплава Pb-62Sn.

PACS: 62.20.Dc, 62.20.Fe

### Введение

Важность изучения пластичности, наведенной фазовым превращением первого рода, определяется рядом обстоятельств: необходимостью создания новых материалов; возможностью технологического использования эффекта; требованиями инженерной практики расчета напряжений в изделиях, испытывающих фазовые превращения; перспективами применения материалов с памятью формы [1]. Для изучения пластичности фазового превращения метод внутреннего трения использовался и ранее. Так, при фиксированной температуре  $T = 852^{\circ}$ С на зависимостях внутреннего трения  $Q^{-1}$  от времени t иодидного циркония был зарегистрирован максимум, обусловленный пластичностью полиморфного  $\alpha \rightarrow \gamma$  фазового превращения диффузионного типа [2].

В настоящей работе предпринимается попытка получить аналитическую временну́ю зависимость внутреннего трения  $Q^{-1}(t)$ , обусловленного пластичностью диффузионного фазового превращения, и показать полезность этой зависимости для количественного изучения кинетики фазового распада сплавов.

# Теоретический анализ

Будем рассматривать матрицу пластичного состава как изотропную идеально упруго-пластическую среду (тело) с нулевым деформационным упрочнением. В симметричном цикле нагружения деформирующее напряжение равно  $\sigma = \sigma_0 \varphi(t)$ , где  $\sigma_0$  — амплитудное напряжение;  $\varphi(t)$  — периодическая, не обязательно гармоническая функция, с частотой изменения f, задава-

емой законом изменения вынуждающей силы (законом нагружения). Петля гистерезиса  $\sigma(\varepsilon)$  в симметричном цикле нагружения идеально упруго-пластического тела, изображенная на рис. 1, описывается следующим аналитическим выражением:

$$\sigma = egin{cases} E arepsilon \pm |\sigma_c|, & ext{при} & -rac{(|\sigma_{0,2}|\pm|\sigma_c|)}{E} \leq arepsilon \leq arepsilon \leq +rac{(|\sigma_{0,2}|\mp|\sigma_c|)}{E}, \ \pm |\sigma_c|, & ext{при} & \pm rac{(|\sigma_{0,2}|\mp|\sigma_c|)}{E} \leq arepsilon \leq arepsilon \leq \pm rac{(|\sigma_{0,2}|\pm|\sigma_c|)}{E}. \end{cases}$$

Здесь  $\sigma_c$  — коэрцитивное напряжение;  $\sigma_{0,2}$  — условный предел текучести среды. Измеряемая в экспериментах полная амплитуда циклической деформации  $\varepsilon_0 = (\varepsilon_{el})_0 + (\varepsilon_{pl})_0$  равна сумме амплитуд упругой  $(\varepsilon_{el})_0$  и пластической  $(\varepsilon_{pl})_0$  деформаций. Внутреннее трение в материалах обычно мало  $Q^{-1} \ll 1$ , что предполагает малую ширину петли гистерезиса  $(\varepsilon_{pl})_0 \ll (\varepsilon_{el})_0$ , и поэтому различие между величинами  $\varepsilon_0$  и  $(\varepsilon_{el})_0$  несущественно, а величина предела текучести может быть записана (рис. 1) как  $\sigma_{0,2} = E(\varepsilon_{el})_0 \approx E\varepsilon_0$ .

Удельная энергия пластического деформирования за цикл  $\Delta W$  равна площади петли гистерезиса

$$\Delta W = \iint d\sigma d\varepsilon_{pl} = \oint \sigma(\varepsilon_{pl}) d\varepsilon_{pl}.$$
 (1)

Идеально упруго-пластичное тело начинает пластически течь без дальнейшего увеличения нагрузки, когда деформирующее напряжение достигает критического значения  $\sigma_{0,2}$ . Поэтому условие пластичности такого тела очень простое  $\sigma(t) = \sigma_{0,2} = \text{const}$ , а подынтегральный дифференциал в правой части (1) будет равен  $\sigma d\varepsilon_{pl} = \sigma_{0,2} \dot{\varepsilon}_{pl} dt > 0$ . Соответственно величина внутреннего трения для упруго-идеально-пластичного тела



**Рис. 1.** Петля гистерезиса в симметричном цикле растяжение-сжатие упруго-идеально-пластичного тела.

запишется как

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{\pi[(\varepsilon_{el})_0]^2 E} = \frac{\sigma_{0,2}}{\pi(\varepsilon_0)^2 E} \oint \dot{\varepsilon}_{pl} dt$$
$$\approx \frac{2|\sigma_{0,2}|}{\pi(\varepsilon_0)^2 E} \int_{m}^{(m+1/2)/f} |\dot{\varepsilon}_{pl}| dt.$$
(2)

Здесь интегрирование ведется по первому полуциклу произвольного *m*-го цикла колебаний, так как абсолютные значения скоростей квазивязкого течения идеально пластичных тел в обоих полуциклах *m*-го цикла деформирования равны и постоянны  $|\dot{\varepsilon}_{pl}(t)| = \text{const. Вынеся}$   $|\dot{\varepsilon}_{nl}|$  за знак интеграла в (2), получим

$$Q^{-1} \approx \frac{4|\sigma_{0,2}|}{\pi f(\varepsilon_0)^2 E} |\dot{\varepsilon}_{pl}| = \frac{4|\dot{\varepsilon}_{pl}|}{\pi f\varepsilon_0}.$$
 (3)

Существует давняя точка зрения [3], что каждый материал характеризуется присущей ему формой петли гистерезиса при заданном законе циклического нагружения. С изменением же закона циклического нагружения форма гистерезисной петли может стать иной, но площадь такой петли (пропорциональная величине внутреннего трения), наоборот, лишь в небольшой степени зависит от вида изменения нагрузки за цикл. Поэтому выражение (3) справедливо при любом периодическом, в том числе гармоническом, законе нагружения, использованном в резонансном режиме измерения внутреннего трения сплавов Pb—62Sn и Pb—1.9Sn (wt.%) (рис. 2 и 3). Величина предела текучести пластичного тела

без упрочнения в каждом цикле нагружения не зависит от количества предшествующих циклов нагружения (истории нагружения). Но значения полуширины петли гистерезиса  $|(\varepsilon_{pl})_0| \approx |\dot{\varepsilon}_{pl}|/2f$ , равно как и скорости пластической деформации  $|\dot{\varepsilon}_{pl}|$ , в смежных циклах нагружения могут отличаться друг от друга. В подобном случае (описанном ниже)  $|\dot{\varepsilon}_{pl}| = |\dot{\varepsilon}_{pl}(t)|$  будет функцией дискретного времени t = m/f, пропорционального числу циклов наружения m. Обычно в резонансных измерениях период колебаний  $1/f \ll 1$  s, поэтому дискретное время t можно считать квазинепрерывным, что позволит в дальнейшем использовать аппарат непрерывных функций.



**Рис. 2.** Временны́е зависимости внутреннего трения (1) и модуля Юнга (2) сплава Pb-62Sn при амплитуде деформации  $\varepsilon_0 \approx 10^{-3}$  и температуре 20°C.



**Рис. 3.** Внутреннее трение (1) и модуль Юнга (2) твердого раствора Pb-1.9Sn при амплитуде деформации  $\varepsilon_0 \approx 10^{-3}$  и температуре 20°C.

Журнал технической физики, 2007, том 77, вып. 6

Фазовое превращение первого рода сопровождается изменением удельного объема. Когда оно локализовано внутри сплава, локальное изменение удельного объема может вызвать пластическую деформацию матрицы сплава. Величина макроскопической пластической деформации  $\varepsilon_{pl}$  при превращении находится в прямой зависимости от объема фазы (сплава) V, в котором уже произошло фазовое превращение [1,4]. В частности, линейная зависимость Джонсона–Гринвуда между фазовой деформацие  $\varepsilon_{pl}$  и объемом V предсказывается моделью псевдоползучести [5]:

$$\varepsilon_{pl} = \left(\frac{2\sigma}{3\sigma_{0,2}} + A\right) \frac{V}{V_0},$$

где  $\sigma_{0,2}$  — предел текучести менее твердой фазы при температуре превращения;  $V_0$  — общий объем фазы, претерпевающей фазовое превращение; A — безразмерная постоянная, зависящая в основном от дисторсии фазового превращения. Если деформирование осуществляется при напряжениях  $\pm |\sigma| = \pm |\sigma_{0,2}|$ , равных пределу текучести матричной фазы, то соотношение Джонсона—Гринвуда упростится:

$$\varepsilon_{pl} = \left(\frac{2}{3} + A\right) \frac{V}{V_0}.\tag{4}$$

Выражение (4) может быть положено в основу расчета разнообразных инженерных задач механики пластичности превращения. Поскольку через переменную V(t) в задачи о механическом поведении вещества под напряжением можно ввести время в явном виде, то выражение (4) использовалось, в частности, при изучении закономерностей длительной пластичности и прочности ряда сталей [4]. С учетом (4) выражение (3) примет вид

$$Q^{-1} = \frac{Z}{V_0} \frac{dV}{dt},\tag{5}$$

где коэффициент пропорциональности с размерностью времени  $Z = 4|2/3 + A|/\pi f \varepsilon_0$ . В анализе кинетики диффузионных фазовых превращений первого рода независимо от причин, вызывающих такие превращения (температура или механические напряжения), наиболее часто используется кинетическое уравнение Аврами [6]

$$\frac{V}{V_0} = 1 - \exp(-Kt^n),\tag{6}$$

в котором n > 0 и константа, характеризующая скорость (частоту) зарождения фаз K > 0. Из двух перечисленных параметров знание n наиболее информативно, так как числовые значения n и соответствующие им механизмы распада табулированы [6]. Параметр n характеризует (согласно таблице Р. Кана [6]) выделение фаз на дислокациях (n = 2/3); выделение фаз на границах зерен после исчерпания мест зарождения (n = 1); выделение фаз на ребрах зерен после исчерпания мест зарождения (n = 2); случай убывающей скорости зарождения фаз  $(3 \le n \le 4)$ . Величине n > 4 отвечает распад с возрастающей скоростью зарождения фаз. Вместе с тем выделению одной и той же фазы могут соответствовать различные пары чисел K и n [7]. С учетом уравнения Аврами (6) выражение для внутреннего трения (5) примет вид

$$Q^{-1}(t) = ZKnt^{n-1}\exp(-Kt^{n}).$$
 (7)

Формула (7) описывает изменение внутреннего трения в процессе зарождения и роста новой фазы в упруго-идельно-пластичной среде. В формуле (7) сомножитель Z(t) зависит от времени через частоту колебаний f(t) образца. В свою очередь, квадрат этой частоты  $f^{2}(t)$  пропорционален величине модуля упругости E(t) исследуемого материала. В сравнении с внутренним трением изменение упругих модулей во времени не столь ярко выражено, поскольку упругие свойства в основном определяются силами связи атомов в решетке и в меньшей мере структурой материала, т.е. относительные изменения в интервале времени наблюдения фазового распада  $[(\max Q^{-1} - \min Q^{-1})/\max Q^{-1}] \gg [(\max f^2 - \min f^2)/\max f^2],$ как следует, например, из рис. 2 и 3. Поэтому без большой погрешности при вычислениях с использованием формулы (7) можно принять f(t) = f(0) = const и Z(t) = const. В таком приближении правая часть (7) представляет собою частный случай функции плотности вероятности распределения Вейбулла [8]. Тогда из условия  $dQ^{-1}/dt = 0$  максимума функции (7) получим

$$t_m = \left(\frac{n-1}{nK}\right)^{1/n},\tag{8}$$

что время до появления максимума внутреннего трения  $t_m$  однозначно определяется двумя постоянными распада K и n > 1, а при выделении фаз на дислокациях (n < 1) максимума внутреннего трения  $Q^{-1}(t)$  не существует. При выделении же фаз на границах зерен после исчерпания мест зарождения (n = 1) внутреннее трение убывает со временем экспоненциально  $Q^{-1}(t) = ZK \exp(-Kt)$ . При циклическом изгибе образцов амплитуда напряжения достигает значений  $\sigma_0 = \sigma_{0,2}$  в приповерхностных слоях исследуемых материалов [9], где преимущественно и будет происходить фазовый распад.

#### Образцы и методика эксперимента

Для того чтобы при комнатной температуре методом внутреннего трения проследить в реальном времени распад сплавов с низким пределом текучести в поле механических напряжений, созданном внешней нагрузкой, были выбраны легкоплавкие сплавы системы Pb–Sn по следующим причинам. Диффузионные процессы, контролирующие фазовый распад, развиваются в материалах, начиная с достаточно высоких температур, равных половине температуры плавления  $T \leq 0.5T_M$ .

Само же понятие "высокой температуры" существенным образом зависит от температуры плавления заданного материала [10]. Например, если температура плавления бинарной эвтектики Pb-62Sn равна 183°C (456 K), то диффузию в ней при комнатной температуре 20°С (293 К) уже можно рассматривать как феномен "высокой температуры", поскольку  $T/T_M \approx 0.64$ . С другой стороны при пластической деформации образование неравновесных (избыточных для данной температуры) вакансий в сплавах происходит с большой легкостью. Концентрация одиночных вакансий тогда увеличивается в 10 и более раз. Образовавшиеся при пластической деформации неравновесные вакансии резко ускоряют диффузию растворенных атомов в сплавах. Поэтому в сплавах могут происходить структурно-фазовые превращения, образование выделений, расслоение и тому подобное при пониженных температурах, когда тепловая диффузия практически отсутствует [11].

Измерения внутреннего трения  $Q^{-1}(t)$  и модулей Юнга E(t) двух сплавов Pb-62Sn и Pb-1.9Sn выполнены при непрерывном возбуждении изгибных колебаний с фиксированной амплитудой деформации  $\varepsilon_0 \approx 10^{-3}$  при  $T = 20^{\circ}$ C на установке, описанной в работе [12].

# Результаты эксперимента и их обсуждение

Внутреннее трение сплава Pb-62Sn, предварительно состаренного в комнатных условиях на протяжении двух лет, вначале быстро снижается. Затем регистрируются два отчетливых максимума  $Q^{-1}(t)$  с сопутствующими им типичными для фазовых превращений особенностями модуля Юнга при  $t_m = 19$  и  $\approx 7$  min (рис. 2). В дальнейшем (t > 25 min) регистрируется только временной фон внутреннего трения. В литом твердом растворе Pb-1.9Sn наблюдаются экспоненциальное падение, а затем слабо выраженный максимум внутреннего трения с сопутствующим перегибом модуля Юнга при  $t_m \approx 7$  min. В дальнейшем (t > 12 min) регистрируется лишь временной фон внутреннего трения, изменяющийся по кривой с насыщением (рис. 3).

Существование этого фона является следствием обычной дислокационной пластичности, для которой справедлива формула Орована  $\dot{\varepsilon}_{pl} = b\Lambda(\sigma, \varepsilon_{pl})u(\sigma, T)$ , где скорость дислокационной пластичности  $\dot{\varepsilon}_{pl}$  зависит от величины вектора Бюргерса b подвижных дислокаций, их плотности  $\Lambda$  и средней (по дислокационному ансамблю) скорости u движения дислокаций. Поскольку в рассматриваемом случае условие пластичности тела  $|\sigma(t)| = \text{const}$ , то абсолютное значение скорости дислокаций  $|u(\sigma)| = \text{const}$  не меняется во время изотермического пластического деформирования. Тогда скорость пластической деформации  $|\dot{\varepsilon}_{pl}(t)|$  будет увеличиваться со временем за счет прироста средней плотности подвижных дислокаций  $\Lambda(t)$  в каждом последующем цикле

нагружения. Перепишем соотношение (3) с учетом формулы Орована

$$Q_b^{-1} = \frac{4b\Lambda(t)|u|}{\pi f\varepsilon_0}.$$

Пропорциональность  $Q_b^{-1} \sim \Lambda(t)$  указывает на то, что монотонно нарастающий во времени фон внутреннего трения обусловлен приростом плотности дислокаций в каждом последующем цикле деформирования Pb-1.9Sn. Стабилизация  $Q_b^{-1}(t)$  связана, по-видимому, с блокированием дислокаций растворенными атомами из-за деформационного старения Pb-1.9Sn. Практически линейное снижение модуля Юнга после 7 min деформирования (рис. 3, кривая 2) дополнительно свидетельствует о развитии микропластических деформаций в Pb-1.9Sn. При наличии временно́го фона внутреннего трения формулы (3), (5), (7), (8) выполняются для величины  $\Delta Q^{-1}(t) = Q^{-1}(t) - Q_b^{-}(t)$  внутреннего трения без учета фона.

Изображенная на рис. 2 кривая временно́го фона внутреннего трения Pb-62Sn была аппроксимирована с высоким коэффициентом множественной корреляции R = 0.9815 логистической функцией

$$Q_b^{-1}(t) = 0.0125 + 0.00842 / [1 + 7.806 \exp(-0.1077t)]$$

Определив аналитическую зависимость  $Q_b^{-1}(t)$  фона, вычислим значения параметров фазового распада *K* и *n* сплава Pb-62Sn. Для этого в области существования какого-либо максимума внутреннего трения нормируем разность между экспериментальными и расчетными фоновыми значениями внутреннего трения

$$\Delta Q^{-1} = ZKnt^{n-1} \exp(-Kt^n) \tag{9}$$

на соответствующее максимальное значение  $\max(\Delta Q^{-1})$ и получим

$$q(t) = \Delta Q^{-1} / \max \left( \Delta Q^{-1} \right)$$
$$= \left( \frac{t}{t_m} \right)^{n-1} \exp\{ -K \lfloor t^n - (t_m)^n \rfloor \}.$$
(10)

Затем из условия (8) максимума внутреннего трения найдем параметр скорости фазового распада  $K = (n-1)/n(t_m)^n$  и подстановкой в (10) окончательно получим следующую однопараметрическую зависимость, пригодную для дальнейших вычислений *n* методом наименьших квадратов

$$q(t) = \left(\frac{t}{t_m}\right)^{n-1} \exp\left\{-\frac{(n-1)}{n}\left[\left(\frac{t}{t_m}\right)^n - 1\right]\right\}.$$
 (11)

Экспериментальные данные по внутреннему трению Pb-62Sn, представленные кривой *I* на рис. 2, были обработаны по формулам (11) и (8). В итоге получены следующие числовые значения параметров:  $n = 5.46 \pm 1.06$  и  $K = (1.99 \pm 1.73) \cdot 10^{-5} \text{ min}^{-5.46}$  для максимума при  $t_m \approx 7 \text{ min}; n = 8.3 \pm 0.61$  и K =



**Рис. 4.** Кинетические кривые распада сплава Pb-62Sn в интервалах времен существования особенностей  $Q^{-1}(t)$ . 1 — при экспоненциальном падении  $Q^{-1}(t)$ ; 2 — в окрестности максимума  $Q^{-1}(t)$  при  $t_m \approx 7$  min; 3 — в окрестности максимума  $Q^{-1}(t)$  при  $t_m \approx 19$  min.

=  $(2.9 \pm 2.3) \cdot 10^{-11} \text{ min}^{-8.3}$  для максимума при  $t_m \approx \approx 19 \text{ min}$ . Для первых минут падения внутреннего трения  $\Delta Q^{-1}(t) \sim \exp(-Kt)$  методом наименьших квадратов получим n = 1 и  $K = (0.55 \pm 0.25) \text{ min}^{-1}$ . Из сопоставления расчетных и табличных [6] значений n следует, что тип распада циклически деформируемого Pb-62Sn изменяется во времени в направлении от зарождения фаз на межзеренных границах после исчерпания мест зарождения до прерывистого распада с возрастающей скоростью зарождения фаз. Вместе с тем надежные значения параметров K и n кинетического уравнения Аврами с помощью зависимости (11) можно получить только тогда, когда экспериментальные данные по внутреннему трению вполне точны.

Зная числовые значения K и n, можно восстановить зависимости степеней распада (превращения)  $V/V_0$  от времени непосредственно по уравнению Аврами (6) либо с помощью формулы (5). В соответствии с (5) площади, заключенные под кривой  $\Delta Q^{-1}(t)$  в областях существования особенностей внутреннего трения, представляют собой величины, пропорциональные значениям степеней распада сплавов

$$\frac{V}{V_0} = \frac{1}{Z} \int_{t_0}^{t} \left[ \Delta Q^{-1}(t) \right] dt,$$
(12)

где нижний предел интегрирования  $t_0$  — время начала фазового распада. Три коэффициента Z, соответственно для экспоненциального падения и двух максимумов внутреннего трения, легко найти, пользуясь выражением (9). Восстановленные численным интегрированием (12) кинетические кривые "степень распада—время" сплава Pb—62Sn показаны на рис. 4. По оси абсцисс они изменяются в пределах, не превышающих единицы.

#### Заключение

Описанные выше вычисления на основе формулы (7) не раскрывают существа структурных превращений, реализующихся в сплавах под влиянием циклической нагрузки. Однако же вывод формулы (7) решает поставленную задачу получения аналитического выражения для временного внутреннего трения, обусловленного пластичностью диффузионного фазового превращения. А выражения (8), (11), (12) как следствия из формулы (7) могут применяться для количественного анализа кинетики фазового распада сплавов с помощью метода внутреннего трения. Изложенные здесь результаты изучения внутреннего трения сплавов в условиях пластичности фазового превращения обосновывают применение методики внутреннего трения для экспериментального определения кинетических параметров Аврами при распаде метастабильных сплавов.

## Список литературы

- Андреев И.Н., Кузьмин С.Л., Лихачев В.А., Патрикеев Ю.И., Королев М.Н. // Проблемы прочности. 1983. № 5. С. 91–100.
- [2] Гарбер Р.И., Харитонова Ж.Ф. // ФММ. 1969. Т. 28. Вып. 2. С. 518–523.
- [3] Сорокин Е.С. Тр. науч.-технич. совещания по изучению рассеяния энергии при колебаниях упругих тел. Киев: Изд-во АН УССР, 1958. С. 128–157.
- [4] Лепин Г.Ф. Ползучесть металлов и критерии жаропрочности. М.: Металлургия, 1976. С. 306–307.
- [5] Шоршоров М.Х., Тихонов А., Булат С.И., Гуров К.П., Надирашвили Н.И., Антипов В.И. Сверхпластичность металлических материалов. М.: Наука, 1973.
- [6] Физическое металловедение. Фазовые превращения / Под ред. Р.У. Кана. М.: Мир, 1968. Вып. 2. С. 277–278.
- [7] Аржавитин В.М. // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. Вып. 12. С. 35–43.
- [8] Фудзии Т., Дзако М. Механика разрушения композиционных материалов. М.: Мир, 1982. С. 210–212.
- [9] Аржавитин В.М. // ЖТФ. 2004. Т. 74. Вып. 6. С. 43-46.
- [10] Роботнов Ю.Н. Введение в механику разрушения. М.: Наука, 1987.
- [11] *Чуистов К.В.* Старение металлических сплавов. Киев: Наук. думка, 1985.
- [12] Шаповал Б.И., Аржавитин В.М. Внутреннее трение некоторых чистых металлов и композиционных материалов. М.: ЦНИИатоминформ, 1984.