

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского**

**В.Н. Перевезенцев, А.Е. Огородников, А.В. Нохрин**  
**Изучение ползучести субмикрористаллических**  
**металлов и сплавов методом**  
**микроиндентирования**

Практикум

Рекомендовано методической комиссией физического факультета для  
студентов ННГУ, обучающихся по направлениям подготовки:  
03.03.02 «Физика» и 03.04.02 «Физика»

Нижегород  
2020

УДК 620.1(076.5)  
ББК 34.204.01я73-4  
П 27

Перевезенцев В. Н. ИЗУЧЕНИЕ ПОЛЗУЧЕСТИ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ МЕТОДОМ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИЯ : практикум / В. Н. Перевезенцев, А. Е. Огородников, А. В. Нохрин. – Нижний Новгород : Нижегородский госуниверситет, 2020. - 43 с.

Рецензент: канд. физ.-мат.наук, с.н.с. НИФТИ ННГУ О.Э. Пирожникова

В первой части пособия изложены основные понятия, определения и уравнения теории ползучести металлов и сплавов, а также описана методика расчета основных параметров ползучести металлических материалов в реологической зависимости скорости деформации от напряжения на основе испытания стандартных испытаний на ползучесть и испытаний на ползучесть в условии микроиндентирования серии образцов при различных значениях температуры и напряжения.

Вторая часть пособия представляет собой полное описание экспериментальной части лабораторной работы, посвященной измерению параметров реологической зависимости скорости ползучести. В приложении к пособию представлены материалы, необходимые для оформления отчёта по лабораторной работе (практикуму).

Практикум предназначен для студентов старших курсов кафедры физического материаловедения ННГУ, изучающих дисциплины «Физика металлов, сплавов и керамик», «Физические основы прочности и пластичности» и «Физика больших пластических деформаций».

Ответственный за выпуск:  
председатель методической комиссии физического факультета ННГУ,  
к.ф.-м.н., доцент **А.А. Перов**

© Национальный исследовательский  
Нижегородский государственный  
университет им. Н.И. Лобачевского, 2020

## Содержание

1	Ползучесть субмикроструктурных металлов и сплавов.....	4
1.1	Основные понятия и определения.....	4
1.2	Неупругая обратимая ползучесть.....	6
1.3	Логарифмическая ползучесть.....	9
1.4	Высокотемпературная ползучесть.....	11
1.5	Диффузионная ползучесть.....	14
1.6	Динамическая рекристаллизация и влияние легирующих элементов...	18
1.7	Низкотемпературная ползучесть микроструктурных металлов.....	19
2.	Расчет параметров кривой ползучести .....	22
2.1	Расчет параметров кривой ползучести при стандартных испытаниях..	23
2.2	Расчет параметров кривой ползучести в условиях микроиндентирования под постоянной нагрузкой.....	26
3	Экспериментальная часть.....	32
3.1	Подготовительная часть работы.....	32
3.2	Образцы для проведения исследований.....	33
3.4	Задания на лабораторную работу .....	34
3.5	Оформление отчетных материалов.....	37
	Приложение 1. Протокол металлографического исследования .....	38
	Приложение 2. Протокол испытания на ползучесть.....	39
	Приложение 3. Протокол испытания на ползучесть в условиях микроиндентирования.....	40
	Приложение 4. Титульный лист отчета.....	41
	Список цитируемой литературы .....	42

# 1. Ползучесть металлов и сплавов. Основные понятия, определения и уравнения

## 1.1 Основные понятия и определения

Под ползучестью (англ. «Creep») в механике часто подразумевают медленное нарастание пластической деформации материала при постоянных силовых воздействиях (постоянном напряжении). Часто в практике испытания на ползучесть проводят при напряжениях меньших чем напряжения, при которых происходит разрушение материала в испытаниях на растяжение [1]. Это обусловлено тем, что большинство материалов в условиях ползучести эксплуатируются при нагрузках, не превышающих величину предела текучести (в области макроупругости или микропластической деформации) [1].

Ползучесть описывается так называемой кривой ползучести (рис. 1), которая представляет собой зависимость деформации от времени при постоянной температуре и постоянном напряжении.

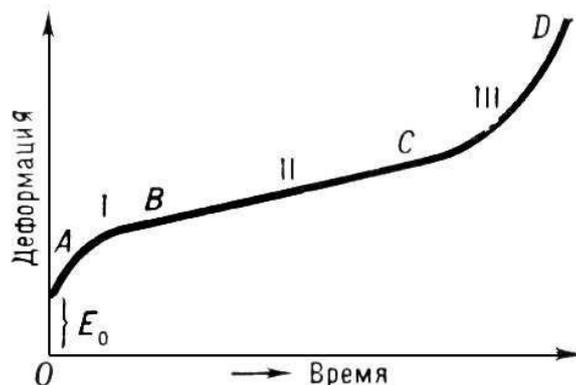


Рис. 1. Типичная кривая ползучести мелкозернистого металлического материала

Традиционно на кривой ползучести выделяют три основных участка (стадии ползучести):

- АВ - стадия неустановившейся ползучести (стадия I),
- ВС - стадия установившейся ползучести, идущей с постоянной скоростью (стадия II),
- CD - стадия ускоренной ползучести (стадия III), завершающейся разрушением образца в точке D.

Первую область, где при нагружении увеличиваются напряжения в материале (и, как следствие, уменьшается со временем скорость

деформации), называют участком не установившейся ползучести. Вторая область — участок установившейся **ползучести**. На третьем участке происходит стадия ускоренной ползучести, на этой стадии появляется очень большое число дефектов кристаллической структуры, в результате чего происходит разрушение [2, 3].

Результаты испытания на ползучесть, проводимого обычно по схеме одноосного растяжения, характеризуют *жаропрочность*, как способность металлов длительное время работать под напряжением в условиях повышенных температур без заметной остаточной деформации и разрушения. Определение жаропрочности в значительной степени тождественно определению прочности с той разницей, что оговаривается проведение длительных испытаний в условиях повышенных температур.

Обобщение результатов испытаний на ползучесть в широком интервале температур и напряжений удобно представлять в виде диаграмм (карт механизмов) ползучести (см. рис. 2).

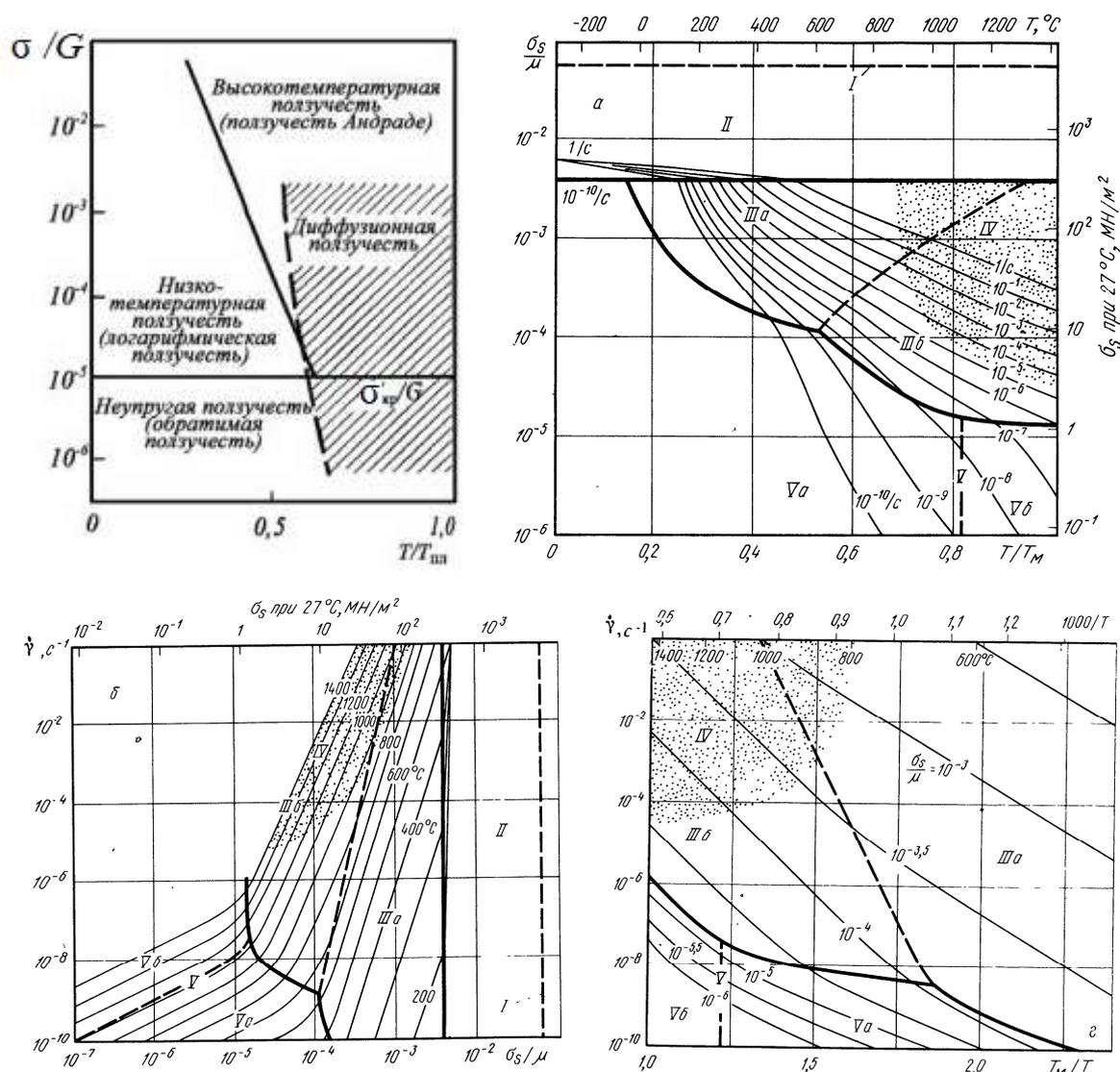


Рис. 2. Типичные виды диаграмм ползучести металлического материала [4]

При рассмотрении пластической деформации и деформационного упрочнения подразумевалось, что каждому значению напряжения соответствует определенная деформация, как если бы реакция материала на приложение напряжения была моментальной, не зависящей от времени. Однако совершенно очевидно, что в общем случае такое предположение является нефизичным, существенно упрощающим реальную ситуацию. На самом деле под действием постоянного напряжения имеет место явление непрерывной деформации, или ползучести, которая в зависимости от температуры и уровня приложенных напряжений протекает по разным законам. Наиболее известны четыре вида ползучести, области реализации которых в функции температуры и напряжения показаны на рис. 2. Чтобы сделать эту диаграмму применимой для разных металлов и сплавов, по оси абсцисс отложена гомологическая температура  $T/T_{пл}$ , а по оси ординат – отношение приложенного напряжения сдвига к модулю сдвига  $\sigma/G$ .

## 1.2. Неупругая обратимая ползучесть

При напряжениях ниже критического напряжения сдвига  $\sigma_{кр}$  протекает *неупругая обратимая ползучесть*. Поскольку ползучесть этого типа обратима, она обычно не представляет опасности для конструкций, и поэтому испытания на ползучесть при напряжениях ниже  $\sigma_{кр}$  не проводятся. Формальное описание этого явления разработано в рамках *теории неупругости*, рассматривающей модификацию закона Гука при учете изменения напряжения и деформации во времени:

$$\sigma(t) = G\varepsilon(t) \quad (1)$$

где  $G$  – статический модуль упругости.

Реальное твердое тело при мгновенном нагружении до постоянного напряжения  $\sigma_0$  также мгновенно, а точнее, со скоростью близкой к скорости звука [5], увеличивает свою длину до определенного значения, отвечающего деформации  $\varepsilon_0$ , после чего деформация постепенно растет до величины  $\varepsilon_\infty = \sigma_0/G$  (рис. 3).



Рис. 3 Релаксация при постоянном напряжении

Деформация на участке  $\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty$  обусловлена так называемым *прямым упругим последствием* является, по существу, деформацией ползучести. Если напряжение мгновенно снимается, то деформация  $\varepsilon_\infty$  мгновенно уменьшается на величину  $\varepsilon_0$ , а затем постепенно падает до нуля вследствие *обратного упругого последствия*. На рис. 4 тот же цикл представлен в пространстве координат  $\sigma - \varepsilon$ . Здесь завершению прямого упругого последствия соответствует модуль упругости  $M_p$ , который меньше статического модуля упругости  $M_0$  и называется *релаксированным модулем*.

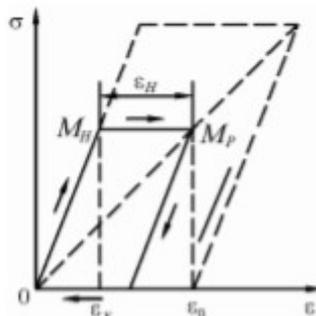


Рис. 4 Зависимость  $\sigma - \varepsilon$  при постоянном напряжении  $\sigma$

В развитой Зинером [6] формальной теории неупругости предполагается, что соотношение между напряжением и деформацией для реального твердого тела приближенно выражается уравнением, устанавливающим линейную связь между напряжением, деформацией и их первыми производными по времени:

$$a_1 \sigma + a_2 \dot{\sigma} = b_1 \varepsilon + b_2 \dot{\varepsilon} \quad (2)$$

Решение этого уравнения показывает, что деформация  $\varepsilon_0$ , возникшая в первоначальный момент, следует к своему конечному значению  $\varepsilon_\infty$  по экспоненциальному закону.

Эффекты прямого и обратного упругого последствия могут иметь место при нагружении в пределах упругой области, то есть ниже микроскопического предела упругости. В этом случае за появление «квазиупругой» деформации являются процессы, не связанные с движением дислокаций. Чаще всего рассматриваются два типа таких процессов.

1. Согласно термодинамическим принципам при резком приложении растягивающего напряжения, вызывающем увеличение объема, температура тела понизится. Разделив величину напряжения на величину деформации в этот момент, получим значение нерелаксированного модуля упругости. С течением времени тело будет постепенно нагреваться до прежней температуры в результате притока тепла извне, и это вызовет дополнительную деформацию в том же направлении, обусловленную термическим расширением. Релаксированный модуль упругости, измеренный после окончания этого процесса, будет иметь меньшую величину.

2. Дополнительная «квазинеупругая» деформация возникает вследствие направленного перемещения в кристаллической решетке примесных атомов, вызывающих ее искажение. Так, атомы примесей внедрения (углерод, азот, кислород) в металлах с ОЦК решеткой занимают позиции с координатами  $(1/2; 0; 0)$  или  $(1/2; 1/2; 0)$  в центрах ребер или граней куба (рис. 5). При этом примесные атомы создают тетрагональное искажение решетки матрицы, вызывая ее растяжение вдоль той оси, на которой они расположены, и сжатие вдоль двух других осей. В интересах наглядности на рис. 5 в пределах одной ячейки условно показано несколько атомов примеси, тогда как в реальных растворах внедрения концентрация примесей на много порядков меньше.

В отсутствии приложенного напряжения все возможные позиции внедрения равноправны, и примесные атомы статистически распределены по трем кубическим осям, так что решетка в целом остается кубической. Приложив растягивающее напряжение вдоль оси  $Z$  и измерив деформацию в этот момент, мы получим значение нерелаксированного модуля упругости; при этом ось  $Z$  окажется осью тетрагонального искажения решетки. В результате такого нагружения позиции внедрения вдоль осей  $X$ ,  $Y$  и  $Z$  перестают быть равноправными, так как атомам примеси удобнее располагаться на растянутых ребрах вдоль оси  $Z$  (рис. 5).

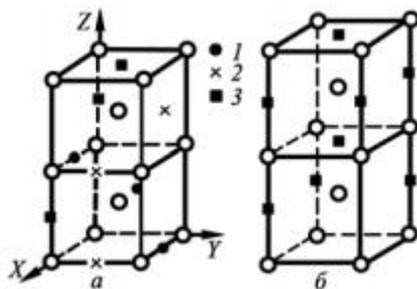


Рис. 5 Изменение формы ОЦК решетки в присутствии внедренных атомов. Положения атомов на осях:  $X$  (1),  $Y$  (2),  $Z$  (3):  $a$  – без внешнего напряжения;  $b$  – при приложении растягивающего напряжения вдоль оси  $Z$

Постепенно переходя в эти позиции из исходных положений на осях  $X$  и  $Y$  со скоростью, контролируемой диффузионной подвижностью

примеси при данной температуре, атомы примеси вызовут дополнительное растяжение решетки вдоль оси  $Z$ , увеличивая степень тетрагональности. Вторично измерив деформацию в направлении растяжения, мы получим большую величину, чем ранее, и этому будет соответствовать релаксированный модуль упругости.

Если упорядочение примесных атомов в поле напряжения ответственно за прямое упругое последствие, то обратное упругое последствие обусловлено разупорядочением примесных атомов при снятии поля напряжений в результате разгрузки образца. Обычно разница между  $\epsilon_0$  и  $\epsilon_\infty$  не превышает нескольких процентов от  $\epsilon_0$ .

### 1.3 Логарифмическая ползучесть

При напряжениях выше  $\sigma_{кр}$  в области относительно низких температур развивается *низкотемпературная или логарифмическая ползучесть* [7], а при высоких температурах ( $T > 0,4-0,6 T_{пл}$ ) – *высокотемпературная ползучесть* (ВТП). Низкотемпературная и высокотемпературная ползучести могут протекать при напряжениях значительно меньших предела текучести поликристаллического материала.

Основным первичным результатом испытания на ползучесть при заданной температуре и постоянном  $\sigma > \sigma_{кр}$  является кривая ползучести в координатах "относительная деформация  $\delta$  – время  $t$ ", которую строят по данным систематического измерения деформации образца в процессе испытания. Изменение характера кривых ползучести с повышением температуры показано на рис. 6. Кривая типа  $OAB$  отвечает низкотемпературной (логарифмической) ползучести, а кривые типа  $OA'B'CD$  и  $OA''C$  – высокотемпературной ползучести.

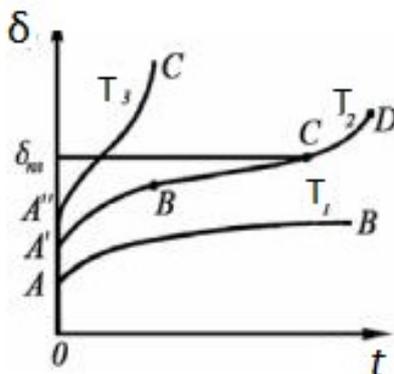


Рис. 6 Кривые ползучести при разных температурах ( $T_1 < T_2 < T_3$ )

Зависимость относительного удлинения  $\delta$  от времени  $\tau$  при низкотемпературной ползучести для многих металлов хорошо аппроксимируется уравнением:

$$\delta = a \cdot \ln(1 + at) + b \quad (3)$$

Именно поэтому низкотемпературную ползучесть называют также логарифмической. С течением времени логарифмическая ползучесть быстро затухает.

Логарифмическая ползучесть является неустановившейся, поскольку ее скорость  $v_{\text{п}} = d\delta/dt$  непрерывно уменьшается со временем, что объясняют моделью «истощения» дислокаций. Если в образце имеется какое-то число дислокационных отрезков и каждый из них может переместиться один раз до остановки у какого-либо препятствия, то после приложения нагрузки и упругого удлинения образца (отрезок  $OA$  на рис. 6) наиболее благоприятно ориентированные дислокации переместятся и произойдет пластическая деформация. В условиях постоянства приложенного напряжения оставшиеся дислокации будут удерживаться препятствиями, но с течением времени термические флуктуации вызовут движение большинства этих дислокационных отрезков за счет поперечного скольжения и соответствующий прирост удлинения. Постепенно термически активируемое скольжение будет затухать (истощаться) из-за уменьшения числа дислокационных отрезков, способных перемещаться и вызывать деформацию. В результате скорость прироста относительного удлинения снижается. Считается, что в условиях логарифмической ползучести термический возврат протекает лишь частично.

Практическое значение логарифмической ползучести мало, поскольку величина удлинения при реальных для конструкций напряжениях обычно мала, быстро стабилизируется во времени и не может существенно вырасти даже при очень длительных выдержках.

## 1.4 Высокотемпературная ползучесть

Высокотемпературная ползучесть также начинается с неустановившейся стадии (отрезок  $A'B$  на кривой  $OA'BCD$  на рис. 6) но затем начинается стадия установившейся ползучести  $BC$ , характеризующаяся постоянной скоростью ползучести  $v_{\text{п}} = \text{const}$ . Заканчивается кривая высокотемпературной ползучести участком разрушения  $CD$ , до которого при испытаниях на ползучесть дело чаще всего не доходит.

Основное отличие высокотемпературной ползучести от низкотемпературной состоит в более полном протекании возврата, который обеспечивается здесь не столько поперечным скольжением, сколько переползанием дислокаций. При высокотемпературной ползучести возможны также некоторые рекристаллизационные процессы. Изменение скорости высокотемпературной ползучести на неустановившейся стадии подчиняется уравнению[4]:

$$\dot{\epsilon}_{\text{п.}} = At^{-n} \quad (4)$$

где показатель степени  $n$  в большинстве случаев близок к  $2/3$  вместо 1 при логарифмической ползучести. Если  $n = 2/3$ , то

$$\delta = \beta t^{1/3} \quad (5)$$

Уменьшение коэффициента  $n$  при переходе от логарифмической к неустановившейся высокотемпературной ползучести можно понять с позиций модели истощения. Если процессы возврата успевают проходить более полно, то, по крайней мере, часть дислокационных отрезков после первой активации может стать способной к повторному перемещению, что вызовет дополнительную деформацию и прирост  $v_{\text{п.}}$

Установившаяся ползучесть рассматривается как некое равновесное состояние, подготовленное неустановившейся ползучестью. Элементарные процессы, идущие на обеих стадиях, одинаковы, различна только полнота их протекания. В металлах скорость установившейся ползучести контролируется наиболее медленным процессом переползания дислокаций. Пластическая деформация при ползучести вызывает увеличение плотности дислокаций и деформационное упрочнение. В то же время возврат приводит к уменьшению плотности дислокаций и разупрочнению металла. В результате при высокотемпературной ползучести в металле формируется полигонизованная субструктура.

Основные процессы, определяющие заключительную стадию возврата, – поперечное скольжение и переползание дислокаций. При относительно малом времени выдержки, когда переползание дислокаций еще не успевает проходить в достаточной степени, возврат идет в основном вследствие поперечного скольжения. В этом случае ползучесть оказывается неустановившейся: ее скорость все время уменьшается из-за прогрессирующего, хотя и замедляющегося деформационного упрочнения – число аннигилирующих дислокаций меньше числа возникающих при деформации. Затем наступает момент, начиная с которого число переползающих краевых дислокаций становится достаточным для полного возврата, когда число образующихся дислокаций равно числу исчезающих

дислокаций. С этого момента и наблюдается стадия установившейся ползучести.

Скорость установившейся ползучести с повышением температуры испытания быстро растет из-за ускорения диффузионного процесса переползания [7]. При постоянном напряжении

$$\dot{\epsilon}_{п.уст} = K_0 \exp(-Q/kT), \quad (6)$$

где  $K_0$  – постоянная, определяемая уровнем напряжений, а  $Q$  – энергия активации ползучести, также зависящая от уровня напряжений. Для чистых металлов величина  $Q$  близка к энергии активации самодиффузии, что служит основным доказательством контроля скорости установившейся ползучести процессом переползания дислокаций. Зависимость скорости установившейся ползучести  $v_{п.уст}$  от напряжения  $\sigma$  подчиняется уравнению:

$$\dot{\epsilon}_{п.уст} = A\sigma^n [8], \quad (7)$$

где коэффициент при разных температурах и напряжениях изменяется от 1 до 4, но чаще всего близок к 3. Именно к этой величине приводит большинство моделей высокотемпературной ползучести.

Так, если принять, что скорость возврата при нулевой скорости деформации равна:

$$(d\sigma/dt)|_{d\delta/dt=0} = r, \quad (8)$$

а коэффициент деформационного упрочнения при нулевой скорости возврата равен:

$$(d\sigma/d\delta)|_{d\sigma/dt=0} = h \quad (9)$$

то скорость установившейся ползучести:

$$\dot{\epsilon}_{п.уст} = d\delta/dt = r/h = \rho_n b(L/l')v_m \quad (10)$$

где  $\rho_n$  – плотность подвижных дислокаций;  $b$  – вектор Бюргера;  $L$  – средняя длина скольжения между двумя препятствиями;  $l'$  – среднее расстояние, которое проходит дислокация при переползании;  $v_m$  – скорость переползания. Интересующая нас зависимость скорости установившейся ползучести  $v_{п.уст}$  от напряжения  $\sigma$  определяется зависимостями от  $\sigma$  всех сомножителей, стоящих в правой части уравнения (9).

При равномерном распределении дислокаций их плотность:

$$\rho \sim 1/l^2 \quad (11)$$

где  $l$  – характерный линейный размер конкретной дислокационной структуры. Поскольку напряжение вокруг дислокации убывает пропорционально расстоянию от нее, то:

$$l \sim \sigma^{-1} \quad (12)$$

Подставляя (12) в (11) получим:

$$\rho \sim \sigma^2 \quad (13)$$

Отношение  $L/l'$  не зависит от напряжения, так как величины  $L$  и  $l'$  являются характерными размерами структуры. При низких напряжениях скорость переползания дислокаций:

$$v_m \sim \sigma \quad (14)$$

Подставив (13) и (14) в (10), получаем искомый результат:

$$\dot{\epsilon}_{\text{п.уст}} \sim \sigma^3 \quad (15)$$

Поскольку в число механизмов низко- и высокотемпературной ползучести входят скольжение, поперечное скольжение и переползание дислокаций, естественно, что исходное состояние испытываемых образцов влияет на развитие ползучести. Причем это влияние не всегда однозначно и зависит от характера субструктуры образца, контролирующей протекание в нем дислокационных процессов при различных напряжениях и температурах.

В частности, уже почти 100 лет назад Андраде [9] показал, что незначительная пластическая деформация образца, предшествующая его испытанию на ползучесть, приводит к изменению или полному исчезновению стадии установившейся ползучести, свидетельствуя об отсутствии равновесия между процессами деформационного упрочнения и динамического возврата. Для заметного влияния низкотемпературной предварительной деформации на последующую ползучесть ее величина должна быть больше величины мгновенной деформации, вызываемой приложением нагрузки. Это определяет нижний предел предварительной деформации, тогда как ее верхний предел связан с величиной критической деформации, после которой при нагреве начинается рекристаллизация. Понижение температуры предварительной деформации и повышение ее степени, вызывают уменьшение скорости ползучести.

Существует обширная литература, посвященная изысканию режимов предварительной термомеханической обработки различных металлических материалов, позволяющей уменьшить скорость их ползучести в конкретных условиях путем создания тех или иных субструктур. В то же время, при некоторых режимах предварительной обработки скорость последующей ползучести может возрасти, как, например, в тех случаях, когда субструктура образца сформировалась в результате мартенситного превращения и характеризуется заметным фазовым наклепом. Дислокационные перестройки, сопряженные с ползучестью, изменяют исходную субструктуру материала, – поэтому степень устойчивости этой субструктуры в условиях нагружения является косвенным критерием развития ползучести.

## 1.5. Диффузионная ползучесть

При высоких температурах ( $T > 0,5-0,8T_{пл}$ ) и низких напряжениях развивается *диффузионная ползучесть*. В этих условиях деформация может быть не связана с перемещением дислокаций, а являться результатом направленного диффузионного массопереноса. При отсутствии внешних напряжений преимущественного переноса атомов в определенных направлениях не происходит. Но если металлический кристалл находится в поле напряжений, где есть растягивающие и сжимающие компоненты, то концентрация вакансий оказывается неодинаковой на растянутых и сжатых поверхностях, что вызывает направленный поток вакансий и противоположно направленный поток атомов [11], в результате дающий макроскопическое изменение формы кристалла (рис. 7).

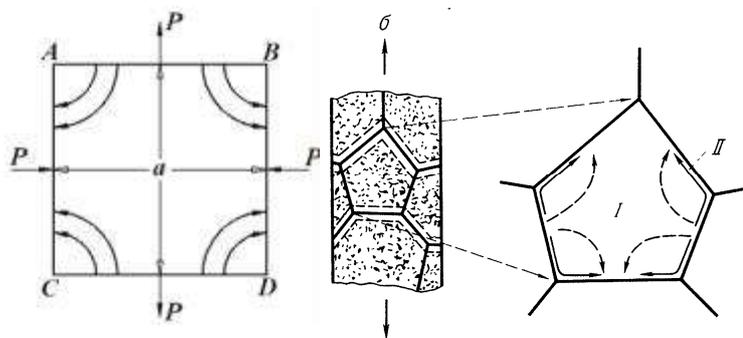


Рис. 7 Схема потока вакансий в зерне

Такая деформация не связана с кооперативными перемещениями атомов, и следует отличать этот механизм деформации от механизма, связанного с переползанием дислокаций, который, хотя и контролируется скоростью диффузии, все же не связан с направленным перемещением отдельных атомов.

Количественная разработка идеи диффузионной деформации поликристаллических материалов была проведена Набарро и Херрингом, учитывавшими перенос вещества через объем кристалла [8]. В модели Набарро–Херринга рассматривается кубическое зерно в поликристалле с ребром  $d$ , не содержащее дислокаций, вследствие чего стоками вакансий в нём могут служить только границы. Границы зерен являются и поставщиками, и ловушками вакансий. При отсутствии напряжений вероятность найти вакансию в данном месте равна:

$$n_v/n_s = \exp(-E_v^F/kT), \quad (16)$$

где  $n_v$  — число вакансий;  $n_s$  — число узлов в кристаллической решетке;  $E_v^F$  — энергия образования вакансии.

Если объем вакансии примерно равен объему атома, который представляем в виде куба с ребром  $b$ , то при приложении растягивающего напряжения  $\sigma$  перпендикулярно к границе энергия образования вакансии понизится на величину  $\sigma b^2 \times b = \sigma b^3 = \sigma V$ , так как при образовании вакансии на такой границе сила  $\sigma b^2$  проходит путь  $b$ . Поэтому в случае приложения к границе растягивающих напряжений вероятность обнаружить у границы вакансию теперь равна:

$$n'_v/n_s = \exp(-E_v^F/kT)\exp(\sigma V/kT) \quad (17)$$

Следовательно, при приложении нормальных напряжений вероятность образования вакансий на межзеренной границе повышается.

Стороны зерна  $AB$  и  $CD$  растягиваются, а стороны  $AC$  и  $BD$  сжимаются (см. рис. 7). Вероятность найти вакансию вдоль  $AB$  и  $CD$  пропорциональна  $\exp(\sigma V/kT)$ , а вдоль  $AC$  и  $BD$  пропорциональна  $\exp(-\sigma V/kT)$ . Из-за возникшего градиента концентрации вакансий между поперечными и продольными границами вакансии будут перемещаться в направлениях, показанных стрелками. Возникший поток вакансий будет равным по величине и обратным по направлению потоку атомов. Эти потоки приведут к удлинению зерна в продольном направлении и сокращению в поперечном. При этом объем зерна остается неизменным.

Поскольку рассматриваемая деформация является следствием перемещения отдельных атомов, она не сопровождается появлением каких-либо следов, аналогичных следам скольжения или двойникования. Так как поликристалл состоит из множества зерен, при его пластической деформации изменение формы отдельных зерен должно быть согласованным. В противном случае на межзеренных границах возможно зарождение несплошностей, которое приведет к разрушению материала.

Постулируется, что образовавшиеся на границах вакансии будут перемещаться вглубь зерна, обеспечивая тем самым объемную диффузию. При этом игнорируется тот факт, что не только энергия образования вакансий, но и энергия их движения в границах зерен ниже, чем в объеме зерен. Скорость ползучести будет зависеть от суммы вкладов процессов объемной и граничной диффузии. При высоких температурах, близких к предплавильным, должен преобладать механизм объемной диффузии вакансий.

Таким образом, модель Набарро–Херринга связана со следующими процессами: 1) с образованием вакансий вблизи границ, находящихся под действием растягивающих напряжений; 2) с их диффузией к границам, находящимся под действием сжимающих напряжений; 3) с их аннигиляцией на этих границах. Предполагается, что зарождение и аннигиляция вакансий

происходят намного быстрее, чем их диффузия. Поэтому скорость ползучести определяется скоростью диффузии вакансий.

В установившемся режиме число вакансий, перенесенных за 1 с через поверхность  $d^2$ , будет:

$$\Phi = -Jd^2 \quad (18)$$

где по закону Фика диффузионный поток:

$$J = -D_v \text{grad} C_v = -\alpha D (C_v^+ - C_v^-) / d \quad (19)$$

Здесь  $D_v$  – коэффициент объемной диффузии,  $\text{grad} C_v$  – градиент концентрации вакансий,  $\alpha$  – коэффициент пропорциональности,  $C_v^+$  и  $C_v^-$  – концентрации вакансий у растянутых и сжатых границ. Тогда:

$$\Phi = D_v d^2 \text{grad} C_v = \alpha D C_0 l (\exp(\sigma b^3 / kT) - \exp(-\sigma b^3 / kT)) = 2\alpha D C_0 l \text{sh}(\sigma b^3 / kT) \quad (20)$$

где  $l$  – путь диффузии,  $C_0$  – содержание вакансий в единице объема, связанное с равновесной концентрацией вакансий  $n_0 = C_0 b^3$ .

Уравнение (20) можно записать с использованием коэффициента самодиффузии  $D' = D n_0 = D C_0 b^3$

$$\Phi = (2\alpha D' d / b) \text{sh}(\sigma b^3 / kT), \quad (21)$$

где путь диффузии  $l$  принимаем равным  $d$ .

Удлинение кристалла в результате выхода на его растянутую поверхность  $d^2$  одного атома объемом  $b^3$  составит:

$$\Delta \delta = (b^3 / d^2) (1/d) = b^3 / d^3. \quad (22)$$

Для  $\Phi$  атомов (вакансий), перенесенных за 1 с, получим скорость диффузионной ползучести:

$$\dot{\epsilon}_n = d\delta / dt = \Phi (b^3 / d^3) = (2\alpha D' / d^2) \text{sh}(\sigma b^3 / kT). \quad (23)$$

При низких напряжениях гиперболический синус можно принять равным его аргументу, и тогда:

$$\dot{\epsilon}_n \sim D' \sigma b^3 / d^2 kT. \quad (24)$$

Помимо ползучести Набарро–Херринга, рассматривающей перенос вещества через объем кристаллов, большое значение придается разновидности диффузионной ползучести, при которой диффузионные потоки идут по границам зерен, – соответствующая модель была предложена Коблом.

*Скорость ползучести по Коблу:*

$$\dot{\epsilon}_n = B' (\sigma b^3 / kT) (\delta D_b / d^3), \quad (25)$$

где  $D_b$  – коэффициент зернограницной диффузии;  $\delta$  – ширина границы зерна, по которой проходит диффузионный поток;  $B'$  – коэффициент, зависящий от формы зерна.

Направленный массоперенос по объему и границам зерен проходит одновременно, а их вклад в деформацию различен в зависимости от температуры, напряжения и размера зерна. Зернограничная диффузия идет значительно быстрее, чем объемная, а ее энергия активации составляет всего  $0.35-0.7Q_v$ , где  $Q_v$  - энергии активации объемной диффузии. Поэтому  $D_b$  не так сильно уменьшается при понижении температуры, как коэффициент объемной диффузии, и ползучесть Кобла должна вносить тем больший относительный вклад в общую диффузионную ползучесть, чем ниже температура.

Установлено, что во всем температурном интервале высокотемпературной ползучести, то есть выше  $0.4-0.6T_m$ , диффузионная ползучесть и, в первую очередь, ползучесть Кобла имеет большое практическое значение. Из диаграммы на рис. 2 видно, что температурно-силовые области проявления диффузионной и высокотемпературной ползучести сильно перекрываются. В этих условиях вклад диффузионной ползучести в общее удлинение тем значительнее, чем выше температура, ниже напряжение и меньше размер зерна.

Хотя из выражений (24) и (25) для скорости диффузионной ползучести следует, что направленный массоперенос может, казалось бы, идти при сколь угодно малом напряжении, экспериментально было установлено наличие у каждого материала порогового напряжения  $\sigma_0$ , ниже которого диффузионная ползучесть не развивается:

$$\sigma_0 = (A/d) \exp(U/kT), \quad (26)$$

где  $A$  и  $U$  - константы,  $d$  - размер зерна. Из этого уравнения следует, что пороговое напряжение уменьшается с повышением температуры и укрупнением зерна. В области высоких гомологических температур  $\sigma_0$  становится настолько малым, что его трудно экспериментально зафиксировать.

## 1.6. Динамическая рекристаллизация и влияние легирующих элементов

Данный тип ползучести характерен для  $T \geq 0.6T_m$ . Этот процесс сопровождается волнами динамической рекристаллизация [11], изменяющими дислокационную структуру (в этих процессах может, например происходить ускоренный рост зерна). В результате этого периодически протекает начальная стадия ползучести и скорость деформации в таких процессах может отличаться от среднего значения в 10 раз. Реализуется при любой схеме нагружения и лежит накартам механизмов деформации в области высоких температур и напряжений. Теоретической модели для описания динамической рекристаллизации нет до сих пор.

Легирующие элементы тоже влияют на показатель степени  $n$ . Выделяют три вида сплавов:

- Слабо разбавленные твёрдые растворы. При этом  $4 \leq n \leq 7$ ;
- Общий случай сплавов. При этом, вязкое торможение организуется атмосферой атомов примесей. При этом  $n \approx 3$ ;
- Твёрдые растворы, содержащие дисперсные прочные примеси. Показатель степени достигает наивысших значений:  $7 \leq n \leq 10$ .

Подчеркнем, что ранее М.Ф. Эшби был предложен удобный способ определения температурно-силовых условий, в которых реализуется тот или иной механизм деформации при ползучести. В качестве примера рис. 8 представлена карта механизмов деформации крупнозернистого никеля с начальным размером зерна 100 мкм, на которой обобщены механизмы ползучести, реализующиеся в различных условиях.

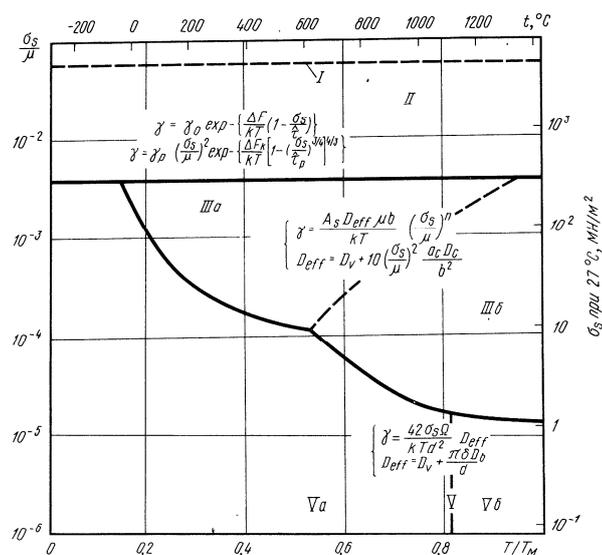


Рис. 8 Карта механизмов деформации при ползучести крупнозернистого никеля [12]

## 1.7 Низкотемпературная ползучесть микрокристаллических металлов и сплавов

Субмикрокристаллические (СМК) материалы, полученные методами интенсивной пластической деформации (ИПД), обладают уникальными физико-механическими свойствами [1,2]. В работах Ю.Р. Колобова, Г.П. Грабовецкой и др. [5-9] было исследовано влияние предварительного часового отжига на ползучесть однофазных технически чистых СМК металлов (титан, никель, медь, молибден), а также двухфазного  $\alpha+\beta$  титанового СМК сплава Ti-6Al-4V и композита Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, содержащих дисперсные частицы второй фазы.

Испытания проводили при постоянной нагрузке (при напряжениях  $\sigma = (2-5) \cdot 10^{-3} G$ ) в интервале скоростей ( $\dot{\epsilon} = 10^{-7} - 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ ). При выбранных условиях испытания на кривых ползучести исследуемых металлов в субмикрокристаллическом состоянии в общем случае наблюдаются три стадии ползучести: неустановившаяся, стационарная и ускоренная (рис. 9).

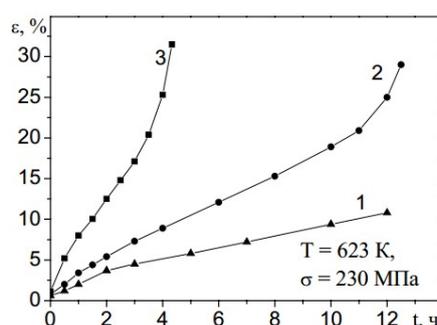


Рис.9 Кривые ползучести СМК титана в исходном (после ИПД) состоянии (1) и после предварительных отжигов при температуре 573 К (2) и 623 К (3)

Сопоставление скоростей установившейся ползучести металлов в исходном (после ИПД) субмикрокристаллическом состоянии и после предварительных дорекристаллизационных отжигов показало, что значения скорости установившейся ползучести всех исследуемых металлов в субмикрокристаллическом состоянии увеличиваются с ростом температуры предварительного отжига. Это свидетельствует о том, что в субмикрокристаллических металлических поликристаллах, полученных методами ИПД, состояние границ зерен, наряду с размером зерен, определяет не только величину предела текучести, но и сопротивление ползучести в интервале температур  $(0,2-0,35)T_{пл}$ .

На рис. 10 представлены экспериментально наблюдаемые зависимости скорости установившейся ползучести от напряжения титана. Здесь же для

сравнения приведены зависимости скорости установившейся ползучести от напряжения указанных материалов, рассчитанные по моделям: дислокационной ползучести (уравнение 24), диффузионной ползучести Кобла (уравнение 25) и ползучести, контролируемой зернограничным проскальзыванием:

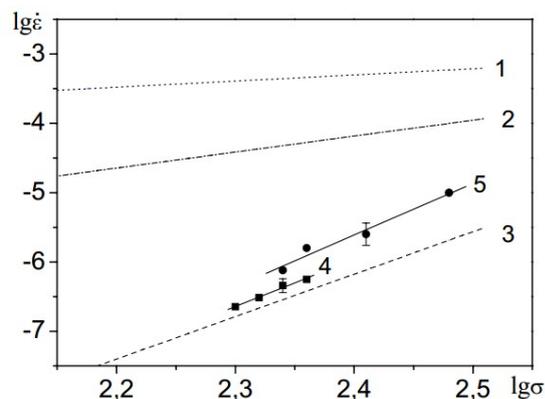


Рис.10 Экспериментальные и теоретические зависимости скорости установившейся ползучести от напряжения титана при температуре 623 К. 1- модель Кобла; 2- модель зернограничного проскальзывания; 3- модель дислокационной ползучести; 4- экспериментальная зависимость мелкозернистого титана [5]; 5-экспериментальная зависимость дляСМК титана

Для СМК и мелкозернистого титана показатели чувствительности к напряжению  $n$ , определенные по наклону прямой зависимости  $\lg \dot{\epsilon} - \lg \sigma$ , равны соответственно  $\sim 7.5$  и  $6.7$ . Примерно такие же значения показателя  $n$  наблюдается и для субмикроструктурных никеля –  $6.8$  и меди –  $6.5$ . Согласно литературным данным для крупнозернистых металлов показатель  $n \sim 7$  наблюдается при ползучести в условиях низких температур, когда деформация осуществляется путем движения дислокаций и контролируется диффузией по дислокационным трубкам. На рис. 10 видно, что экспериментальные значения скорости установившейся ползучести мелкозернистого титана удовлетворительно совпадают со значениями, предсказанными моделью дислокационной ползучести. Для СМК титана экспериментально наблюдаемые значения скорости установившейся ползучести выше значений, следующих из модели дислокационной ползучести, но ниже значений соответствующих моделям Кобла и зернограничного проскальзывания. Аналогичное соотношение между экспериментальными и теоретическими значениями скорости установившейся ползучести наблюдается для субмикроструктурных никеля и меди. Согласно принципам физической мезомеханики в металлических материалах, находящихся в неравновесном состоянии,

движение дислокаций на микромасштабном уровне затруднено, поэтому существенный вклад в их общую деформацию должны вносить мезоскопические механизмы пластического течения. В рассматриваемых материалах такими механизмами в интервале температур  $(0.2-0.35)T_m$  могут быть механизмы, контролируемые зернограничной диффузией, – зернограничное проскальзывание и развитие полос локализованной деформации, на границах которых может иметь место кооперативное зернограничное проскальзывание.

При увеличении температуры отжига ими было обнаружено увеличение скорости деформации на установившейся стадии ползучести. При этом, поскольку как отжиг, так и последующая деформация не влияли на средний размер зерна материала, авторами [5] был сделан вывод о том, что увеличение скорости деформации (основной вклад в которую в случае СМК материалов вносит зернограничное проскальзывание) вызвано влиянием отжига на неравновесное состояние границ зёрен (ГЗ).

## 2. Расчет параметров кривой ползучести

### 2.1 Расчет параметров кривой ползучести при стандартных испытаниях

В общем случае для высокотемпературной ползучести скорость деформации определяется следующим законом:

$$\dot{\epsilon}_п = \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \cdot \exp\left(\frac{-Q_п}{kT}\right) \quad (27)$$

$$\alpha = \frac{A \cdot \mu \cdot D_0 \cdot b}{kT} \quad (28)$$

$n$  – коэффициент, определяющий вид ползучести ( $3 < n < 10$ );  $D_0$  – предэкспоненциальный множитель коэффициента диффузии.

Для грубой (предварительной) оценки энергии активации ползучести  $Q_п$  и коэффициента  $n$  (power law stress exponent) в выражении (27) необходимо провести серию экспериментов при трех различных температурах  $T$  ( $T=0.4-0.6T_m$ ) и при трех различных значениях напряжения  $\sigma$  (от  $10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-3}G$ , где  $G$  – модуль сдвига).

Из экспериментальных зависимости  $\epsilon - t$  выделить участок, соответствующий стадии установившейся ползучести (участок ВС на рисунке 1) и вычислить соответствующие значения  $\dot{\epsilon}_{п,уст}$  как угловой коэффициент данной зависимости. На рисунке 11 представлен пример зависимости деформации от времени, получаемый на измерительно-вычислительном комплексе для механических испытаний на ползучесть и длительную прочность (далее – ИВК) и обработанные в пакете Mathematica.

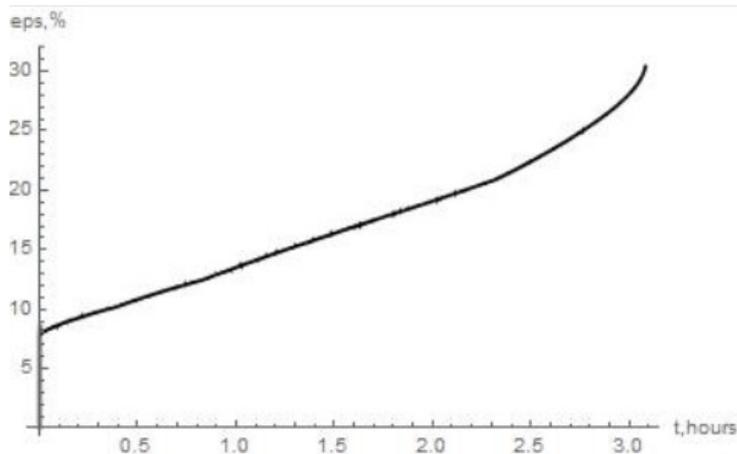


Рис.11 Экспериментальная зависимость скорости деформации от времени

### 2.1.1 Расчёт параметров при постоянной температуре (Т).

Согласно выражению (27) зависимость  $\dot{\epsilon}_{п.уст}$  от  $\sigma/G$  в логарифмических координатах  $\ln(\dot{\epsilon}_{п.уст}) - \ln(\sigma/G)$  может быть представлена прямой линией (рис. 12а), угол наклона, которой соответствует коэффициенту  $n$ , а свободный член величине  $-B(T)$ :

$$\ln(\dot{\epsilon}_{п.уст}) = n \cdot \ln(\sigma/G) + B(T) \quad (28)$$

$$B(T) = \ln\alpha - (Q_{п}/kT_{пл})(T_m/T) \quad (29)$$

### 2.1.2 Расчёт параметров при постоянном напряжении ( $\sigma$ )

Для каждого уровня температуры необходимо вычислить величину  $B(T)$  и построить зависимость  $B(T) - (T_m/T)$ . Данная зависимость в грубом приближении может быть описана прямой линией (рис. 12б), угол наклона которой будет равняться величине энергии активации ползучести  $Q_{п}$  в единицах  $kT_m$

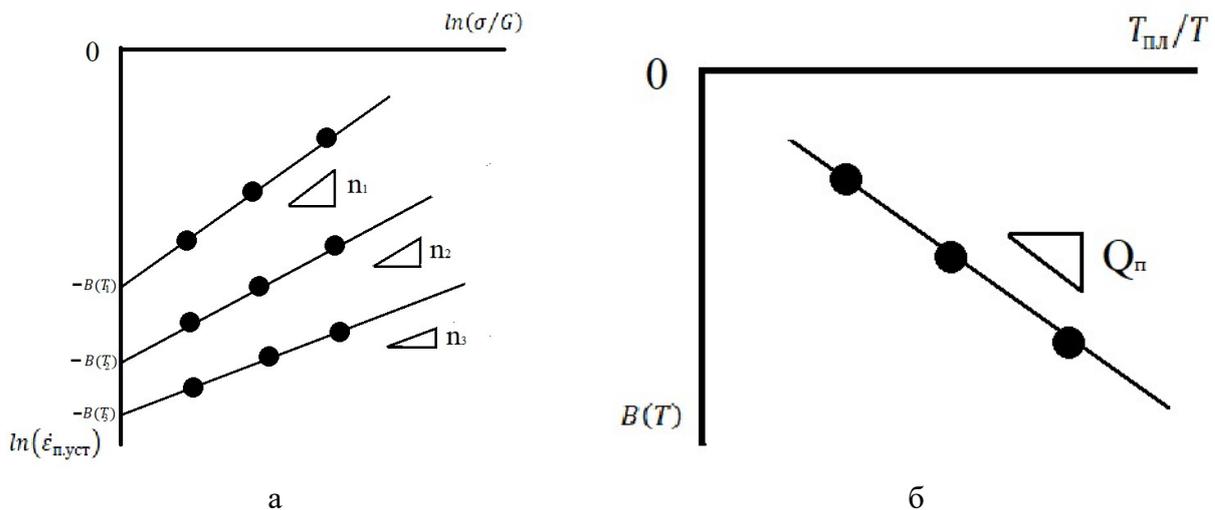


Рис.12 Процедура определения показателя  $n$ , определяющего вид ползучести (а) и энергии активации ползучести (б). Схема

### 2.1.3 Экспериментальное оборудование

Измерительно-вычислительный комплекс для механических испытаний на ползучесть и длительную прочность представляет (рис. 13) собой механический блок напольного исполнения с микропроцессорной системой управления, работающий под управлением персонального компьютера (ПК). ИВК предназначен для проведения в исследовательских лабораториях механических испытаний металлов, сплавов и других конструкционных материалов на длительную прочность по ГОСТ 10145-81 и ползучесть по ГОСТ 3248-81 при температуре от комнатной до плюс 600 °С. ИВК обеспечивает постоянное значение механического напряжения в рабочей

части образца в течение испытаний на I и II стадиях ползучести. ПК обеспечивает управление процессом испытаний, визуальный контроль процесса ползучести на экране монитора ПК и сохранение результатов испытаний в памяти ПК. ИВК работает следующим образом. Оператор ПК запускает приложение "Creep-test", вводит в ПК параметры испытания (температуру испытания, величину механического напряжения), размеры образца. По команде с ПК шаговый двигатель обеспечивает нагружение образца. Одноплатный компьютер (ОК) записывает в микроконтроллер автоматической силоизмерительной системы (АСС) величину силы, которую необходимо приложить к образцу на данном этапе нагружения. Шаговый двигатель через редуктор вращает вал, наматывает стальную ленту и через верхнюю тягу прикладывает к образцу растягивающее усилие. Величина силы, приложенной к образцу, измеряется через нижнюю тягу тензодатчиком автоматической силоизмерительной системы АСС. Величина силы индицируется на верхнем табло устройства индикации (УИ) в ньютонах. При достижении заданной силы микроконтроллер АСС останавливает нагружение.



Рис. 13 Измерительно-вычислительный комплекс (ИВК) для механических испытаний на ползучесть и длительную прочность. Общий вид

Удлинение образца определяется числом шагов шагового двигателя, рассчитывается и индицируется на нижнем табло УИ в микрометрах. По мере удлинения образца в процессе ползучести уменьшается поперечное сечение образца и для поддержания величины механического напряжения постоянным ИВК автоматически уменьшает величину приложенной к образцу растягивающей силы. ОК рассчитывает новое значение силы, которую нужно приложить к образцу для обеспечения в его поперечном сечении постоянного механического напряжения, и записывает это новое значение силы в память микроконтроллера АСС. Процесс регулирования

повторяется в течение всего эксперимента. Температура в термокамере (на рисунке 14 не показана) и в двух точках на поверхности образца измеряется тремя термопарами, присоединенными к регулятору "Метакон-533" устройства измерения и регулирования температуры (УИРТ). Температура индицируется на табло прибора "Метакон-533". По первому каналу (соответствующему первой термопаре) трехканального прибора "Метакон-533" индицируется значение температуры в воздухе внутри термокамеры, по второму и третьему каналу индицируются значения температуры соответственно в нижней и верхней частях образца. Регулирование температуры в термокамере происходит по значениям, измеренным первой термопарой, т.е. в соответствии с температурой воздуха возле рабочей части образца.

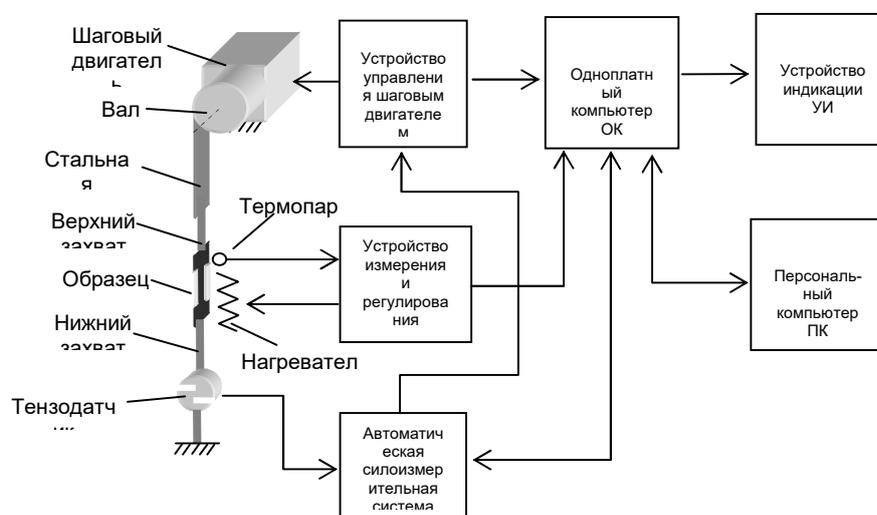


Рис. 14 Упрощенная блок-схема ИВК

В процессе эксперимента на экране ПК в виде графиков зависимостей от времени индицируются величины относительного удлинения образца и механического напряжения растяжения. Также дублируются показания индикатора силы, приложенной к образцу, величина абсолютного значения удлинения, значения относительной деформации образца и величины действующего в рабочей части образца механического напряжения. Индицируются также значения температуры в воздухе, в нижней и верхней частях образца. Управление процессом испытаний (кроме температуры) осуществляется с ПК.

На рисунке 14 приведена подробная блок-схема ИВК для механических испытаний на ползучесть и длительную прочность, которая демонстрирует взаимодействие измерительных, управляющих, исполнительных и вычислительных устройств ИВК между собой.

## **2.2 Расчет параметров кривой ползучести, осуществляемой в условии микроиндентирования под постоянной нагрузкой**

### **2.2.1 Микротвердость. Измерение микротвердости**

Метод определения микротвердости предназначен для оценки твердости очень малых (микроскопических) объемов материалов. Его применяют для измерения твердости мелких деталей, тонкой проволоки или ленты, тонких поверхностных слоев, покрытий и т.д. Наиболее популярное назначение - оценка твердости отдельных фаз или структурных составляющих сплавов, а также разницы в твердости отдельных участков эти составляющих.

При измерении микротвердости в образец вдавливаются четырехгранная алмазная пирамида с углом в вершине  $136^\circ$  и твердость характеризует площадь получаемого отпечатка. При вдавливании пирамиды соотношение между диагоналями получающегося отпечатка при изменении нагрузки остается постоянным, что позволяет в широких пределах в зависимости от целей исследования увеличивать или уменьшать нагрузку.

Испытания проводят на приборе (микротвердомер) (рис. 15), имеющем неподвижную станину, в нижней части которой установлен столик 1, перемещающийся по вертикали вращением маховика 2. Образец устанавливают на столике испытуемой поверхностью (перпендикулярной действующей силе) кверху и затем поднимают столик почти до соприкосновения образца с алмазной пирамидой, закрепленной в шпинделе 3. Нажатием педали пускового рычага 4 приводят в действие нагружающий механизм, который через рычаг передает давление грузов 5, предварительно поднятых на алмазную пирамиду. После этого опускают столик прибора и подводят микроскоп, установленный на штанге, прикрепленной к станине. С помощью микроскопа определяют длину диагонали полученного отпечатка.

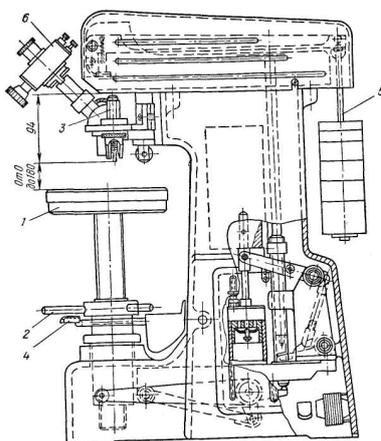


Рис.15. Схема прибора для измерения твердости вдавливанием алмазной пирамиды (измерение по Виккерсу): 1- столик для установки образца; 2- маховик; 3 — шток с алмазной пирамидой; 4 - педаль пускового рычага; 5 - подвеска с призмой; 6 – микроскоп.

В качестве индентора используется алмазная четырехгранная пирамида с углом при вершине  $136^\circ$ .

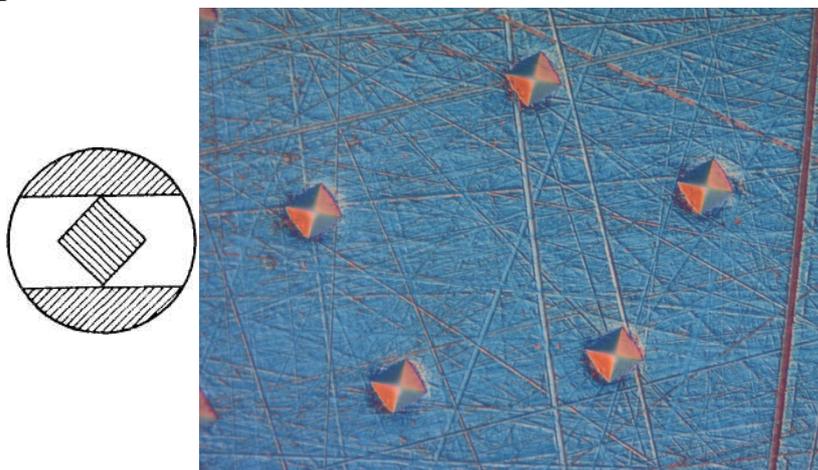


Рис. 16 Схема измерения отпечатка, полученного вдавливанием алмазной пирамиды и типичные изображения отпечатков на поверхности алюминиевого сплава

Поверхность образцов для определения твердости пирамидой должна быть тщательно отшлифована бумагой с мелким зерном или даже отполирована. Толщина испытуемого образца должна быть не меньше чем 1,5 диагонали отпечатка.

Твердость по Виккерсу  $H_v$ , определяется как усилие, приходящееся на единицу поверхности отпечатка:

$$H_v = \frac{2Ps \cdot \alpha/2}{d^2} = \frac{1,854}{d^2} (\text{кгс/см}^2) \quad (30)$$

где  $P$  — нагрузка на пирамиду, кгс;  $\alpha$ - угол между противоположными гранями пирамиды ( $136^\circ$ );  $d$  - среднее арифметическое длины обеих диагоналей отпечатка после снятия нагрузки, мм.

## 2.2.2 Метод измерения микротвёрдости

Для изучения свойств и превращений в сплавах необходимо не только знать «усредненную» твердость, представляющую твердость в результате суммарного влияния присутствующих в сплаве фаз и структурных составляющих, но и определять твердость отдельных фаз и структур сплава. Микротвердость определяют вдавливанием алмазной пирамидки.

Прибор типа ПМТ-3 (рис. 17) имеет штатив 1 вертикального микроскопа с тубусом, перемещающимся вверх и вниз с помощью макрометрического и микрометрического винтов. Прибор снабжен двумя объективами для просмотра микрошлифа при увеличениях в 478 и 135 раз. Окуляр увеличивает в 15 раз. Окулярный микрометр имеет неподвижную сетку, остаточный микрометрический барабанчик и каретку с подвижной сеткой. На неподвижной сетке длиной 5 мм нанесены штрихи с цифрами и угольник с прямым углом, вершина которого совпадает с цифрой 0. На подвижной сетке нанесен угольник с прямым углом и две риски.

Алмазная пирамидка имеет угол между гранями при вершине  $136^\circ$ , т. е. такой же, как и в пирамиде для измерения по Виккерсу (что облегчает пересчет на числа Виккерса). Нагрузка для вдавливания пирамиды создается грузами 12, устанавливаемыми на шток 5. В приборе применяют грузы от 1 до 200 г в зависимости от особенностей изучаемой структуры и задач исследования. Установленный микрошлиф просматривают через окуляр.

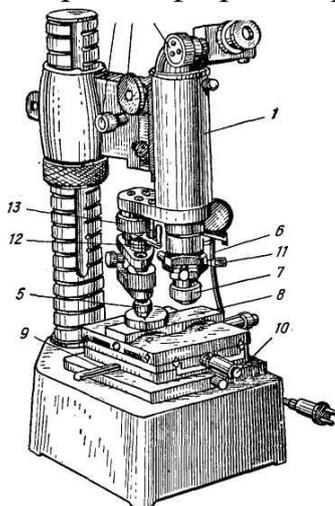


Рис. 17. Схема прибора ПМТ-3 для измерения микротвердости: 1 — микроскоп; 2 — макрометрический винт; 3 — микрометрический винт; 4 - окулярный микрометр; 5 — шток с алмазной пирамидой; 6 — опакиллюминатор; 7 — объектив; 8 — стол для установки микрошлифа; 9 — ручка стола; 10 — винт стола; 11 — регулировочные винты; 12 - грузы; 13 — ручка нагружения.

С помощью двух винтов столик перемещается в двух перпендикулярных направлениях, что позволяет перемещать микрошлиф и выбрать на нем участок, в котором необходимо измерить твердость. Этот участок следует разместить в середине поля зрения микроскопа - точно в вершине угла неподвижной сетки. Затем устанавливают грузы, поворачивают с помощью ручки столик 9 на  $180^\circ$  (от одного упора до другого) для подведения выбранного участка образца под алмазную пирамиду. После этого медленным (в течение 10-15 с) поворотом ручки 13 приблизительно на  $180^\circ$  опускают штوك с алмазной пирамидой так, чтобы алмаз коснулся образца. В этом положении выдерживают образец под нагрузкой 5 - 10 с, после чего, поворачивая ручку 13 в исходное положение, поднимают шток с алмазом. Затем поворачивают столик 8 на  $180^\circ$  и возвращают образец в исходное положение под объектив микроскопа для измерения диагонали отпечатка.

Если прибор правильно центрирован, то изображение отпечатка окажется в поле зрения микроскопа или будет близко к вершине угла неподвижной сетки. Точность совмещения места, намеченного для испытания, с местом фактического вдавливания пирамиды составляет в этом приборе 3 мкм. Затем вращением винтов 11 подводят отпечаток к угольнику неподвижной сетки таким образом, чтобы вершина угольника совпала с левым углом отпечатка, а пунктирные линии угольника совпали с гранями левой части отпечатка. После этого вращением микрометрического барабана окуляра подводят вершину угольника подвижной сетки к противоположному углу отпечатка; тогда пунктирные линии угольника подвижной сетки совместятся с гранями правой части отпечатка. При таком положении сеток деления микрометрического барабанчика указывают длину диагонали отпечатка. Поворачивая окуляр на  $90^\circ$ , определяют также длину второй диагонали и вычисляют среднюю длину диагонали. Полученную среднюю длину переводят по формуле 30 на число твердости. Указанные измерения полученного отпечатка производят не менее двух-трех раз.

Допускается проводить измерения микротвердости с помощью программы GoodGrains. Для этого рекомендуется сделать несколько отпечатков идентора на поверхности образца, сфотографировать получившиеся отпечатки с помощью металлографического микроскопа НЕОФОТ-32, а затем провести измерения длин диагоналей отпечатков с помощью программы GoodGrains.

Результаты измерений заносятся в Протокол.

### 2.2.3 Ползучесть в условии микроиндентирования

В работе [13], предлагается модель, в которой поля напряжений и деформации в материале, располагающемся под алмазным индентором могут быть описаны степенным законом вида:

$$\dot{\epsilon} = A' \sigma^n \exp(Q/RT), \quad (31)$$

где  $\dot{\epsilon}$  – скорость деформации на установившейся стадии ползучести,  $A'$  – константа,  $\sigma$  – приложенное напряжение,  $Q$  – энергия активации ползучести,  $R$  – универсальная газовая постоянная.

Скорость перемещение индентора в материал определяется следующим выражением:

$$\frac{du}{dt} = \left( \frac{\dot{\epsilon}_0 \sqrt{A}}{C_2} \right) \left( \frac{PC_1}{A\sigma_0} \right)^n, \quad (32)$$

где  $A$  это площадь материала, являющаяся проекцией области индентирования на плоскость поверхности,  $C_1$  и  $C_2$  – константы,  $\dot{\epsilon}_0$  – скорость деформации при эталонном напряжении (модуль сдвига)  $\sigma_0$ ,  $P$  – приложенная нагрузка. Для пирамидального индентора смещение пропорционально  $\sqrt{A}$ , т.е

$$u = C_3 \sqrt{A}. \quad (33)$$

Дифференцируя уравнение (33) по времени, и подставляя его в (32) получим

$$\frac{dA}{dt} = C_4 \dot{\epsilon}_0 A \left( \frac{P}{A\sigma_0} \right)^n, \quad (34)$$

где  $C_4 = 2C_1^n / (C_2 C_3)$  – константа, не зависящая от нагрузки и температуры.

Интегрирование выражение (34) дает

$$A = A_0 + (nC_4 \dot{\epsilon}_0)^{1/n} \left( \frac{P}{\sigma_0} \right) t^{1/n} \quad (35)$$

Подставив в (34) выражения для вычисление величины микротвердости, и приняв, что  $A \geq A_0$ , получим зависимость величины микротвердости от времени вдавливания алмазного индентора:

$$H_v = \frac{\sigma_0}{(nC_4 \dot{\epsilon}_0 t)^{1/n}}, \quad [14] \quad (36)$$

Вероятно, что величина  $\sigma_0$  имеет незначительную зависимость от температуры, вызванная зависимостью модуля сдвига от температуры. Для избавления от этого эффекта левую и правую часть выражения (36) делят на модуль сдвига.

Для грубой (предварительной) оценки коэффициента  $n$  в выражении (27) необходимо провести серию экспериментов для трех образцов предварительно отожжённых при трех различных температурах  $T$  и при различных временах вдавливания ( $t_{dw}=5-300$  с)

Согласно выражению (36) зависимость  $H_v/G$  от времени вдавливания  $t_{dw}$  в логарифмических координатах  $\ln(H_v/G) - \ln(t_{dw})$  может быть представлена прямой линией (рис. 18), угол наклона, которой соответствует коэффициенту  $1/n$ .

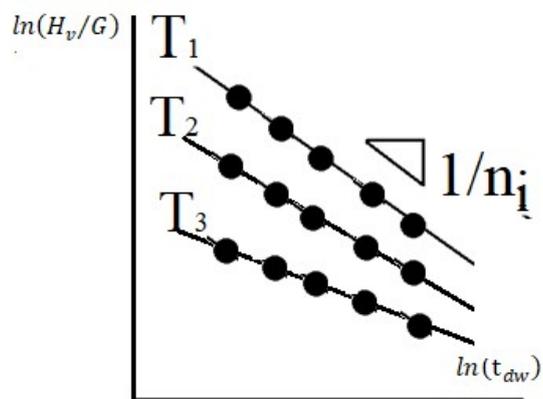


Рис. 18. Процедура определения показателя  $n$  в испытаниях на ползучесть в условиях микроиндентирования

## 3. Экспериментальная часть

### 3.1 Подготовительная часть работы

1. Ознакомиться с принципами проведения металлографического исследования структуры, в том числе, с основными этапами подготовки металлографического шлифа и выявления структуры металла. Ознакомиться с процедурой определения среднего размера зерна (см. ГОСТ 21073.0-75 «Металлы цветные. Определение величины зерна. Общие требования», ГОСТ 5639-82 «Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна», ГОСТ Р ИСО 643-2011 «Сталь. Металлографическое определение наблюдаемого размера зерна» и т.д.) и объемной доли рекристаллизованной структуры с использованием программы «GoodGrains». Сдать технику безопасности и получить допуск для работы по выявлению структуры с использованием электролитического или химического травления структуры.
2. Ознакомиться с устройством и принципом работы металлографического интерференционного микроскопа НЕОФОТ-32 (или аналогичного микроскопа). Сдать технику безопасности и получить допуск для работы на металлографическом микроскопе<sup>1</sup>.
3. Ознакомиться с устройством и принципом работы воздушной печи типа «СНОЛ» или аналогичной, с использованием которой будет проводиться термическая обработка металлов. Сдать технику безопасности и получить допуск для работы с использованием воздушной печи<sup>1</sup>.
4. Ознакомиться с устройством и принципом работы измерительно-вычислительного комплекса для механических испытаний на ползучесть и длительную прочность (ИВК). Сдать технику безопасности и получить допуск для работы на ИВК.
5. Ознакомиться с устройством и принципом работы микротвердомера ПМТ-3 или аналогичного микротвердомера (например, HVS1000), обеспечивающего требуемый уровень точности измерений. Сдать технику безопасности и получить допуск для работы на микротвердомере ПМТ-3<sup>1</sup>.

---

<sup>1</sup> Если этого не было сделано ранее, при проведении других лабораторных работ в рамках этого курса

### 3.2 Образцы для проведения исследований

1. Образцы высокочистого алюминия или алюминиевого сплава получают путем индукционного литья в вакууме с использованием литейной машины INDUTHERM VTC-200. Полученные образцы имеют квадратное сечение  $14 \times 14 \text{ мм}^2$  или  $20 \times 20 \text{ мм}^2$ .
2. От полученной литой заготовки отрезается образцы свидетели квадратного сечения  $14 \times 14 \text{ мм}^2$  или  $20 \times 20 \text{ мм}^2$ .
3. Оставшаяся литая заготовка разрезается вдоль на пластины толщиной не более 4.5 мм, длина которых соответствует длине литой заготовки.
4. Пластины разрезаются вдоль и из них электроэрозионной резкой изготавливаются образцы в форме «двойной лопатки» согласно ГОСТ 3248-81 с размерами поперечного сечения рабочей части  $3 \times 2 \text{ мм}$ .

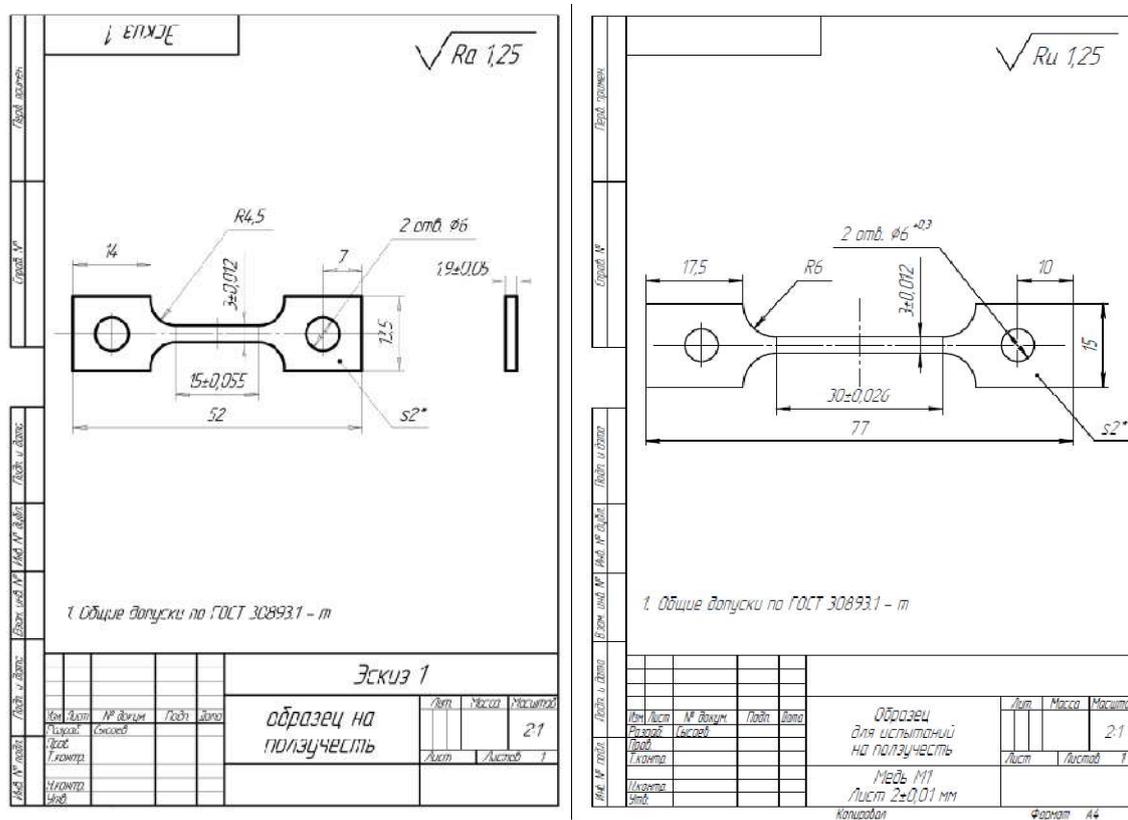


Рис. 19 Геометрические размеры типовых образцов для испытаний на ползучесть

5. Образцы на ползучесть образцы подвергаются механической шлифовке и полировке с помощью алмазных паст до уровня шероховатости не более 1 мкм (алмазная паста 0/1). В случае необходимости, образцы подвергаются химическому или электрохимическому травлению для выявления структуры. (Режим травления определяется экспериментально инженером, ответственным за проведение данного блока работ).

### 3.3 Задания на лабораторную работу

#### Часть 1

1. Получить у руководителя курса (инженера, ответственного за проведение работы) образцы для проведения исследований.
2. Сфотографировать образцы. Провести измерения геометрических размеров образцов<sup>2</sup>.
3. Определить размер зерен образцов крупнозернистого и СМК алюминия (или алюминиевого сплава). (Измерения допускается проводить на образцах-свидетелях, вырезанных из той же заготовки, из которой вырезались образцы для испытаний на ползучесть).
4. Определить условия проведения испытаний на ползучесть. Предварительный анализ следует проводить с использованием карт механизмов ползучести крупнозернистого алюминия (см. [12, 15]).

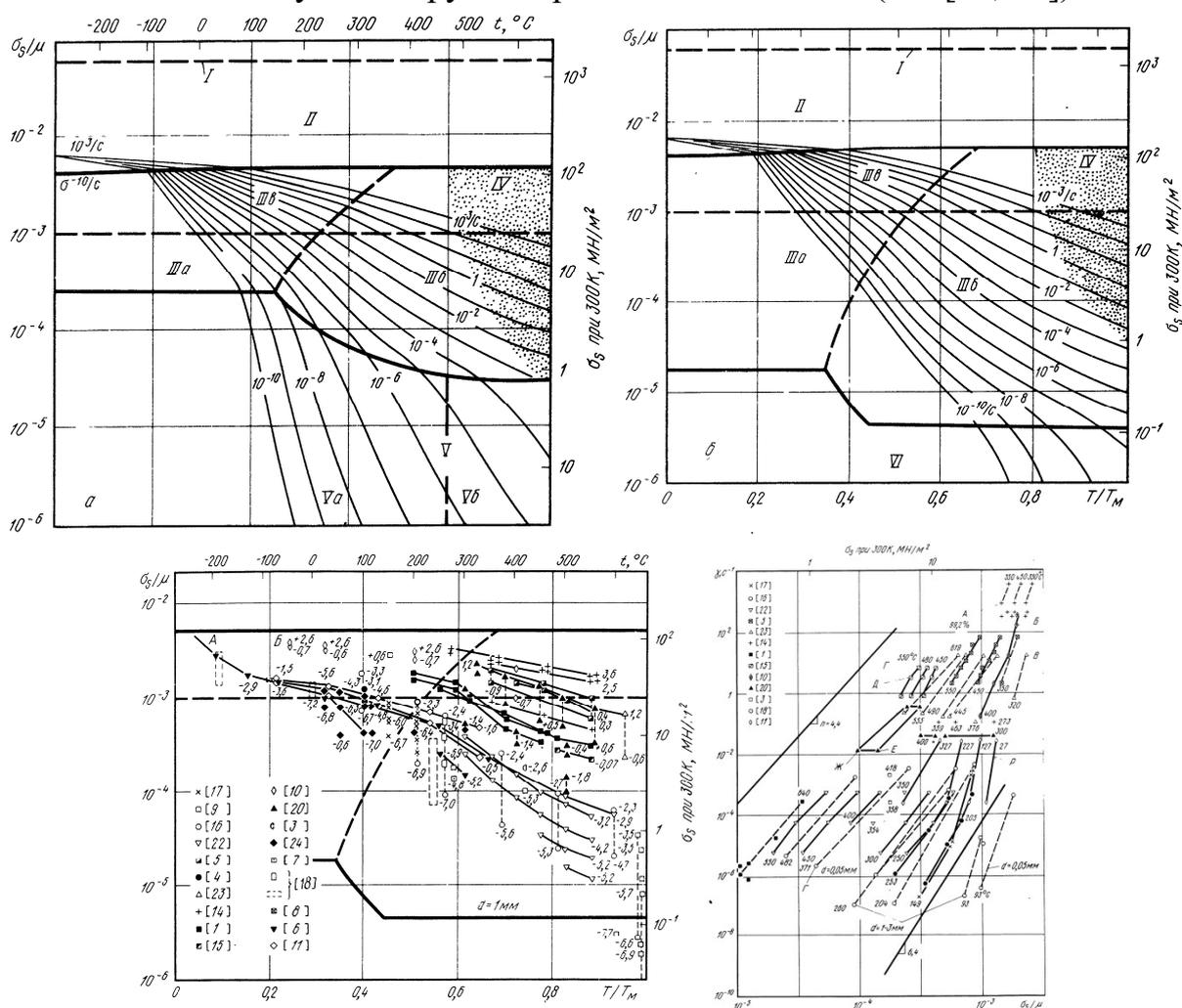


Рис. 20 Теоретические карты механизмов деформации алюминия с размером зерна 10  $\mu\text{m}$  (а) и 1 мм (б), и экспериментальные данные (в) [12]

<sup>2</sup> Рекомендуется фотографировать образцы на белой бумаге, вместе с металлической линейкой позволяющей оценить изменение размеров образцов до и после испытаний на ползучесть.

5. Провести стандартные испытания на ползучесть 9 образцов крупнозернистого и СМК алюминиевого сплава при трех различных значениях температуры и напряжения<sup>3</sup>. Сфотографировать образцы после проведения испытаний.
6. Построить зависимости деформации от времени испытания для каждого испытания. По полученным зависимостям вычислить скорость ползучести на установившейся стадии.

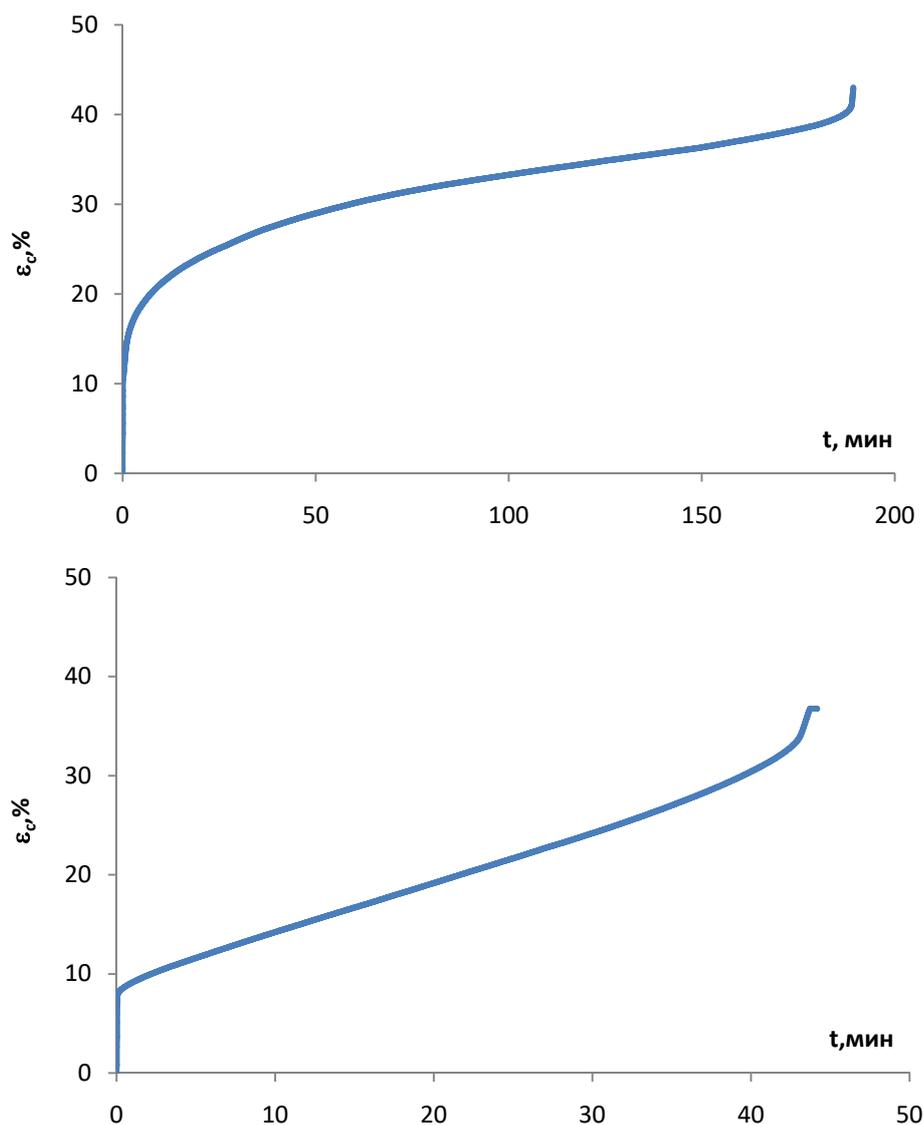


Рис. 21 Экспериментальные кривые ползучести крупнокристаллического (а) и СМК (б) сплава Al-0.5Mg-0.4Sc при напряжении 55 МПа и температуре 150 °С

7. Построить зависимость скорости установившейся ползучести от напряжения в логарифмических координатах  $\ln(\dot{\epsilon}) - \ln(\sigma/G)$ . По

<sup>3</sup> Испытания крупнозернистых и СМК образцов рекомендуется проводить при одинаковых напряжениях и одинаковых температурах. Рекомендуется варьировать условия испытания таким образом, чтобы разница между температурами составляла не менее 50 °С, а разница по напряжениям – не менее 25-30 МПа.

полученным зависимостям методом наименьших квадратов определить доверительный интервал для коэффициента  $n$  как для углового коэффициента и доверительный интервал для коэффициента  $B(T)$  как для свободного члена.

8. Построить зависимость  $B(T)$  от  $T_{пл}/T$ . По полученной зависимости методом наименьших квадратов определить отношение энергии активации процессов ВТП к теплоте плавления как доверительный интервал для углового коэффициента и значение свободного члена.
9. Сделать вывод о механизме ползучести крупнозернистого и СМК сплава на основании сопоставления полученных результатов с картами механизмов ползучести (см. [12, 15]).

### Часть 2

10. Провести отжиги образцов при трех различных температурах.
11. Провести металлографические исследования отожженных образцов и выявить средний размер зерен.
12. Провести стандартные испытания на ползучесть в соответствии с п. 2-5.
13. Проанализировать влияние размера зерна на скорость ползучести.
14. Сделать вывод о влиянии отжигов на механизм ползучести мелкозернистого алюминия (алюминиевого сплава).

### Часть 3

15. Провести испытания на ползучесть в условиях микроиндентирования при трех различных нагрузках и 6 временах вдавливания алмазного индентора.
16. Построить зависимости  $\ln(H_V/G) - \ln(t_{dw})$  при каждой нагрузке и вычислить значения параметра  $n$ .
17. Сравнить полученные значения  $n$  с идентичными значениями при стандартных испытаниях на ползучесть.
18. По полученным значениям энергии активации ползучести и сравнении коэффициента  $n$  сделать предположение о процессах ВТП в данном сплаве при данных режимах испытаний.

### Дополнительные задания<sup>4</sup>

1. Провести металлографические исследования образцов, подвергнутых стандартным испытаниям на ползучесть. Определить средний размер зерна в деформированной части образца (вблизи области разрушения) и вблизи области захватов (в недеформированной части образца).

---

<sup>4</sup> Дополнительные задания выполняются по требованию преподавателя в том случае, если студентам не удалось сделать однозначное заключение о механизмах ползучести.

2. Построить зависимости скорости роста зерен от температуры и величины приложенного напряжения.
3. Провести измерения плотности образцов до и после испытаний на ползучесть.
4. Провести фрактографический анализ изломов образцов.
5. Объяснить полученные результаты.

### 3.4 Оформление отчетных материалов

1. Отчет должен содержать следующие обязательные разделы:
  - титульный лист (см. Приложение 4);
  - реферат с постановкой задачи;
  - список используемых терминов, обозначений и сокращений;
  - описание теоретической части лабораторной работы, необходимой для проведения анализа полученных результатов<sup>5</sup>;
  - описание объекта исследований и используемых методик, включая описание процедуры расчёта экспериментальных погрешностей;
  - результаты экспериментальных исследований (с обязательным приложением к отчету протоколов, оформленных в соответствии с Приложениями 1 -3);
  - обобщение и анализ результатов исследований;
  - выводы о механизме ползучести крупнокристаллического и СМК сплавов;
  - список используемой литературы.
2. При оформлении отчета следует придерживаться ГОСТ 7.32-2017.
3. К приложению к отчету по лабораторной работе следует приложить фотографии образцов до и после испытаний на ползучесть, а также необходимые дополнительные материалы по требованию руководителя лабораторной работы.
4. Отчёт о проделанной лабораторной работе следует прислать на проверку руководителю курса на электронную почту. Замечания к оформлению или объему выполненных исследований исправляются в срок, не превышающий 3 и 7 дней, соответственно.

---

<sup>5</sup> Студентам в теоретическую часть рекомендуется включать только те сведения, которые им будут необходимы для анализа полученных экспериментальных результатов, а также для подготовки ответов на дополнительные вопросы.

## Протокол металлографического исследования

Материал: \_\_\_\_\_  
(дается максимально полное описание исследуемого материала: его марка, химический состав и т.д.)

Режим предварительной деформации: \_\_\_\_\_  
(описывается вид деформации (прокатка, ковка) и степень деформации)

Геометрические размеры образцов: \_\_\_\_\_  
(указывается форма и геометрические размеры образцов)

Используемое оборудование для исследований структуры: \_\_\_\_\_  
(указывается тип и марка микроскопа)

Режим травления: \_\_\_\_\_  
(указывается способ травления, состав электролита и режим травления)

Оборудование для термической обработки: \_\_\_\_\_  
(указывается тип печи, марка печи и точность поддержания температуры в печи)

### Результаты экспериментальных исследований

№ обр.	$T_{отж}$ , °C	$t_{отж}$ , мин	$S_R$ , %	$\Delta S_R$ , %	$D_R$ , мкм	$\Delta D_R$ , мкм	$\langle d \rangle$ , мкм
1.							
2.							
3.							
4.							
5.							
6.							
7.							
8.							

### Примечание:

Гистограммы распределения зерен по размерам для каждого из режимов отжига рекомендуется привести в приложении А к протоколу.

### Исследования провели:

Студент 1 \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Студент 2 \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

### Ответственный за проведение лабораторной работы

\_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись представителя УВП кафедры) (Фамилия И.О. ответственного)

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 202\_\_ Г.  
(дата заполнения протокола)

## Протокол испытания на ползучесть

Материал: \_\_\_\_\_  
(дается максимально полное описание исследуемого материала: его марка, химический состав и т.д.)

Имя файла: \_\_\_\_\_  
(Имя должно отражать дату эксперименту, параметры эксперимента и образца.)

Исходные параметры образца:

Длина рабочей части, мм						
Толщина рабочей части, мм						
Ширина рабочей части, мм						

Параметры эксперимента: \_\_\_\_\_  
(указать величину напряжения испытаний в МПа, температуру испытаний и величину максимальной относительной деформации в процентах; при достижении этой величины эксперимент остановится..)

Параметры приложения SimpleTestSuite:	
Коэффициент пропорциональности	
Постоянная интегрирования	
Постоянная дифференцирования	
Задержка при подгрузке	
Задержка при нагрузке	
Задержка при работе	
Порог нагрузки	
Коэффициент деформации	
Натяг	

Параметры, вычисленные после испытания:

Скорость деформации на установившейся стадии ползучести: \_\_\_\_\_

Величина деформации, при которой наступил разрыв: \_\_\_\_\_

Долговечность материала: \_\_\_\_\_

Приложение: Фотографии образцов до и после испытаний на ползучесть

Студент 1 \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Студент 2 \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

**Ответственный за проведение лабораторной работы**

\_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись представителя УВП кафедры) (Фамилия И.О. ответственного)

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 202 \_\_\_\_ Г.  
(дата заполнения протокола)

## Протокол испытаний на ползучесть в условиях микроиндентирования

Материал: \_\_\_\_\_  
(дается максимально полное описание исследуемого материала: его марка, химический состав и т.д.)

Режим предварительного отжига: \_\_\_\_\_  
(описывается вид деформации (прокатка, ковка) и степень деформации)

Геометрические размеры образцов: \_\_\_\_\_  
(указывается форма и геометрические размеры образцов)

Используемое оборудование  
для исследований структуры: \_\_\_\_\_  
(указывается тип и марка микроскопа)

### Результаты экспериментальных исследований

№ обр.	T <sub>отж</sub> , °C	P, г	$\bar{l}$ , мкм					
			t <sub>dw1</sub>	t <sub>dw2</sub>	t <sub>dw3</sub>	t <sub>dw4</sub>	t <sub>dw5</sub>	t <sub>dw6</sub>

Приложение: Фотографии отпечатков индентора на поверхности образцов

### Исследования провели:

Студент 1 \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Студент 2 \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

### Ответственный за проведение лабораторной работы

\_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
(подпись представителя УВП кафедры) (Фамилия И.О. ответственного)

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 202 \_\_\_\_ г.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет  
 им. Н.И. Лобачевского (ННГУ)

Физический факультет ННГУ  
 Кафедра физического материаловедения ННГУ

**Изучение ползучести субмикроструктурных металлов и сплавов методом микроиндентирования**  
 (Отчет по лабораторной работе)

Учебный курс: \_\_\_\_\_  
 (приводится полное название учебного курса, по которому проводится работа)

Выполнили  
 студенты \_\_\_\_\_ группы:

_____ / _____ (подпись студента) / Фамилия И.О. студента
_____ / _____ (подпись студента) / Фамилия И.О. студента
_____ / _____ (подпись студента) / Фамилия И.О. студента

«Отчет принят»:

Преподаватель, уч.степень, уч.звание \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
 (подпись преподавателя) / Фамилия И.О. преподавателя

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 202 \_\_\_\_ г.

Инженер - ответственный за проведение исследований

\_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_  
 (подпись ответственного) / Фамилия И.О. ответственного

Нижегород - 202 \_\_\_\_ г.

## Список цитируемой литературы

1. Работнов Ю.Н. Ползучесть элементов конструкций. М.: Наука, 1966. 753 с.
2. Работнов Ю.Н., Милейко С.Т. Кратковременная ползучесть. М.: Наука 1970. 224 с.
3. Работнов Ю. Н. Теория ползучести. В кн.: Механика в СССР за 50 лет. Том. 3. Механика деформируемого твердого тела. М.: Наука, 1971, 544 с.
4. Калинин Б.А. Физическое материаловедение в шести томах. Том 4. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование. М.: МИФИ, 2008, 696 с.
5. Kolobov Yu.R., Grabovetskaya G.P., Ivanov K.V. Creep features of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. // Ann. Chim. Sci. Mat. 2002. V. 27. P.89-98.
6. Оболенская Т.А., Лазаренко В.И., Безуглый С.Г. Жаропрочность металлов и сплавов // Машинобудування: Збірник Наукових Праць. 2012. Т. 10. С. 180-190.
7. Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Структура и свойства границ зерен: Учебное пособие. Нижний Новгород: ННГУ, 2012. 307 с.
8. Чадек Й. Ползучесть металлических материалов. М. Мир, 1987, 304 с.
9. Радченко В.П., Саушкин М.Н. Ползучесть и релаксация остаточных напряжений в упрочненных конструкциях. М. Машиностроение, 2005. 227 с.
10. Калинин Б.А. Физическое материаловедение. Том 1. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование. М. МИФИ, 2007. 636 с.
11. Хесснер Ф. Рекристаллизация металлических материалов. Пер. с англ. М.: Металлургия, 1982. 352 с.
12. Фрост Г. Дж., Эшби М. Ф. Карты механизмов деформации. Челябинск: Металлургия, 1989. 328 с.
13. Sargent P.M., Ashby M.F. Indentation creep // Mater. Sci. Tech. 1992. V. 8. P. 594-601.
14. El-Salam F.A., Waha L.A., Nada R.H., Zahran H.Y. Temperature and dwell time effect on hardness of Al-base alloys // Journal of Materials Science, 2007. V 42. P. 3661-3669.
15. Чувильдеев В.Н., Семенычева А.В. Карты инженерных, технологических и эксплуатационных свойств материалов. Учебное пособие. – Н.Новгород, ННГУ, 2020, 396 с.

# **ИЗУЧЕНИЕ ПОЛЗУЧЕСТИ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ МЕТОДОМ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИЯ**

*Практикум*

Авторы:

**Владимир Николаевич Перевезенцев**  
**Александр Евгеньевич Огородников**  
**Алексей Владимирович Нохрин**

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский  
государственный университет им. Н.И. Лобачевского»  
603950, Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23.