

## СТУПЕНЧАТАЯ ПОЛЗУЧЕСТЬ СВИНЦА

*Т.Т. Могильникова*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
Харьков, Украина*

Приведены результаты исследования ступенчатой ползучести поликристаллического свинца в условиях действия сдвигового напряжения. Предложен механизм, в рамках которого ступенчатая деформация объясняется периодическим размножением дислокаций вследствие диффузионных процессов, происходящих в ядре дислокации.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из видов макроскопического проявления неоднородности деформации является ступенчатая ползучесть. Проявление ступенчатой ползучести заключается в том, что при постоянной нагрузке и температуре скорость ползучести изменяется немонотонно. Периодические колебания скорости определяют ступенчатый характер ползучести. Такое состояние возникает лишь в узком диапазоне условий деформирования (при определенном сочетании напряжения и температуры, характерных для данного материала). Временная длительность деформационной ступеньки может составлять для различных металлов от нескольких секунд до десятков минут. Ступенчатая ползучесть исследовалась многими авторами, однако до сих пор вопрос о природе элементарных физических процессов, вызывающих немонотонное изменение деформации, остается дискуссионным. Авторы ряда работ считают, что наличие скачков обусловлено задержкой и последующим преодолением дислокациями различного рода препятствий, имеющихся в структуре материала, а также возникающих в процессе деформирования [1,2]. В работах последних лет немонотонное течение в процессе ползучести под действием постоянных сжимающих напряжений при комнатной температуре наблюдалось на ряде металлов (Al, Ag, Bi, Cu, Pb, Zn Sn), а также на кристаллах фтористого лития и полимерных материалах [3,4]. Периодическое изменение скорости ползучести авторы объясняют гетерогенностью структуры материала.

Ранее при исследовании поликристаллического свинца в условиях чистого сдвига при комнатной температуре скачкообразной деформации обнаружено не было. Рожанский при растяжении монокристалла свинца на кривой ползучести наблюдал неоднородности деформации длительностью в несколько секунд. В работе [4] наблюдалось периодическое появление скачков ползучести крупнозернистого свинца при действии постоянных сжимающих напряжений, не превосходящих предел текучести. Были определены средние значения скачков деформации при различных степенях общей деформации. Величину скачков деформации авторы связывают с размерами неоднородностей, характерных для данного материала. Рожанский в работе [5] отмечал, что нестабильность деформации при ступенчатой ползучести несколько секунд

и более, вероятно, вызывается не только прорывом дислокаций через препятствия, но и временной активностью дислокаций.

Настоящие исследования проводились с целью выявления особенностей ползучести свинца при напряжениях как значительно меньше, так и превосходящих предел текучести.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследования ползучести проводились на свинце чистоты 99,98%. Проволочные образцы диаметром 2,9 мм, длиной рабочей части 60 мм получали путем выдавливания на прессе при помощи матрицы и пуансона. Образцы отжигались в вакууме порядка  $10^{-5}$  мм рт. ст. при температуре 160 °С в течение двух часов. После отжига средний размер зерна составлял 20...25 мкм. Измерения проводились при комнатной температуре в атмосфере воздуха при действии на образец постоянного касательного напряжения на установке, описанной в [6]. Интервал напряжений 0,82...8,01 МПа. Для определения деформации в процессе ползучести использовалась зеркальная система. Разрешающая способность такой системы составляла  $6,6 \cdot 10^{-7}$  отн. ед. Измерения проводились в течение 1 ч с интервалом в 1 мин. При каждом напряжении выполнялись 3 опыта. Графики построены по усредненным результатам этих опытов.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 показана типичная кривая ползучести свинца при напряжении ниже предела текучести, построенная в координатах "деформация-время". Кривая ползучести носит ступенчатый характер.

В результате проведенных опытов установлен ряд закономерностей.

1. Ступеньки появляются на стадии установившейся ползучести при напряжениях 0,82...5,31 МПа. Скорость ползучести при этом резко возрастает. Этот процесс периодически повторяется.

2. Время от начала ползучести до появления первой ступеньки  $t_0$  ("инкубационный период") зависит от приложенного напряжения (рис. 2). По мере увеличения напряжения от 0,82 до 5,13 МПа  $t_0$  возрастает от 5 до 20 мин.

3. Протяженность участков с минимальной скоростью  $\Delta t$  при одном и том времени от начала процесса ползучести зависит от напряжения (рис. 3). Время деформирования между ступеньками при возрастании напряжения резко сокращается, частота

образования ступенек становится настолько большой, что они сливаются друг с другом. При напряжении выше 5,13 МПа кривая ползучести приобретает плавный ход без признаков ступенчатости.

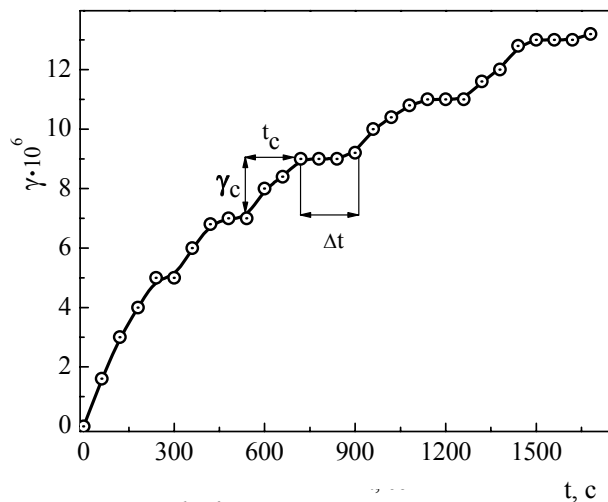


Рис. 1. Кривая ползучести свинца

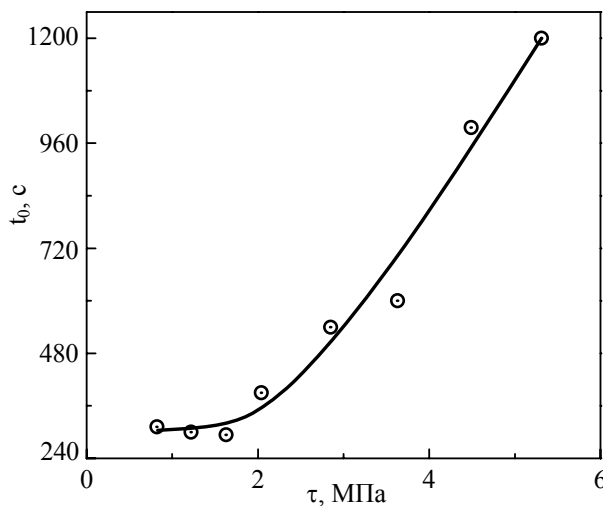


Рис. 2. Зависимость "инкубационного периода"  $t_0$  от напряжения  $\tau$

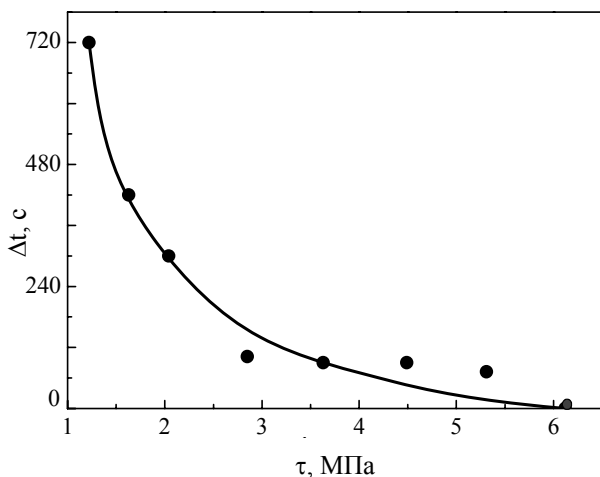


Рис. 3. Зависимость  $\Delta t$  от напряжения  $\tau$

4. Протяженность  $\Delta t$  при постоянном напряжении зависит также от времени и меняется в процессе ползучести. На рис. 4 приведена зависимость  $\Delta t$  от времени ползучести  $t$  при напряжении 2,04 и 3,63 МПа. Из графика следует, что  $\Delta t$  с течением времени повышается от ~2 до 10 мин, т.е. в 5 раз (кривая 1). Чем выше напряжение, тем меньше разница между  $\Delta t$  на начальной стадии ползучести и на более поздней стадии процесса (кривая 2).

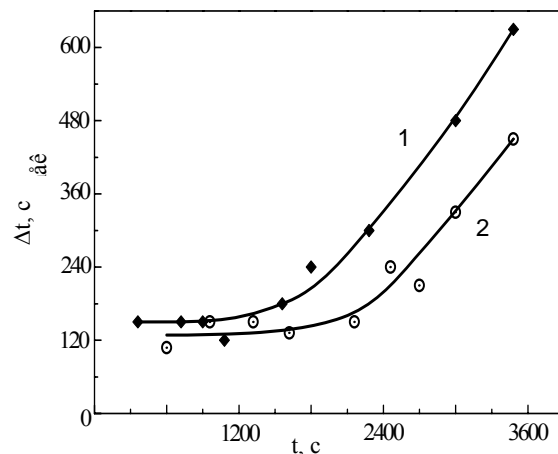


Рис. 4. Зависимость  $\Delta t$  от времени ползучести  $t$ :  
1 – 2,04 МПа; 2 – 3,63 МПа

5. Средняя протяженность ступеньки  $t_c$  при постоянном напряжении изменяется во времени от 2 до 7 мин в зависимости от приложенного напряжения. В интервале напряжений 0,82...5,31 МПа изменение  $t_c$  носит немонотонный характер (рис. 5). При напряжении 2,85...3,63 МПа  $t_c$  достигает максимального значения как в начале ползучести, так и по истечении длительного времени (1 ч).

6. Деформация, обусловленная появлением ступеньки  $\gamma_c$ , практически не изменяется в процессе ползучести при постоянном напряжении, но зависит от приложенного к образцу напряжения. При напряжении 0,82...2,85 МПа значение  $\gamma_c$  постоянно, при 2,85...3,63 МПа происходит резкое увеличение  $\gamma_c$  (в 2 раза), при более высоких значениях напряжений высота ступеньки остается неизменной (рис. 6).

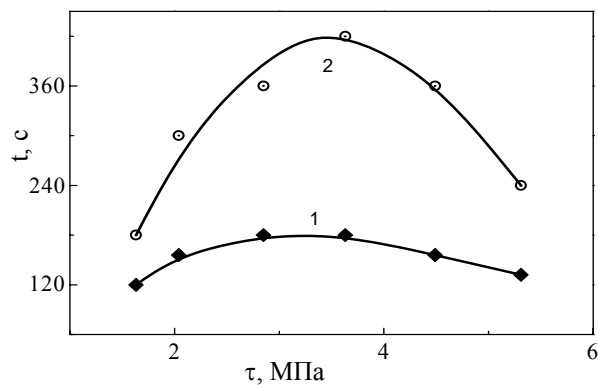


Рис. 5. Зависимость протяженности ступеньки  $t_c$  от напряжения  $\tau$ : 1- в начале процесса ползучести; 2 – на более позднем этапе ползучести

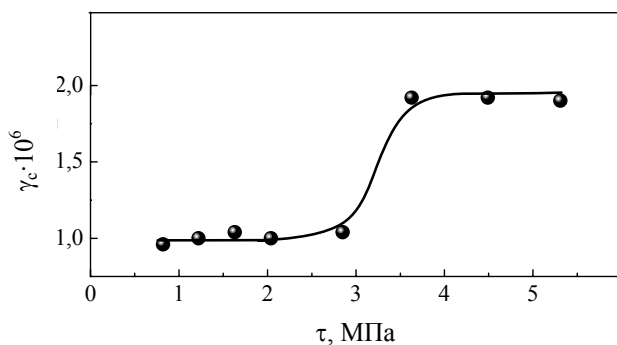


Рис. 6. Зависимость высоты ступеньки  $\gamma_c$  от напряжения  $\tau$

Возрастание "инкубационного периода"  $t_0$  с увеличением напряжения вызвано упрочнением образца, возникающего под действием приложенного груза. "Мгновенная деформация" при напряжении 0,82...5,13 МПа возрастает от  $0,82 \cdot 10^{-5}$  до  $3,7 \cdot 10^{-4}$  соответственно, значительно превышая деформацию на неустановившейся стадии ползучести. Чем больше "мгновенная деформация", тем больше времени на стадии неустановившейся ползучести необходимо для формирования дислокационной структуры, характерной для стадии установившейся ползучести, обуславливающей изменение скорости ползучести от напряжения.

Первая ступенька на кривой ползучести образуется при наименьшем напряжении 0,82 МПа спустя 5 мин от начала ползучести. Это напряжение соответствует величине микроскопического предела упругости  $\tau_s$  свинца, т.е. минимальному напряжению, характеризующему начало развития необратимых процессов в образце [7]. В работе [8] установлено, что потери на микропластическую деформацию обусловлены в основном размножением дислокаций. Это дает возможность считать, что появление ступеньки связано с размножением дислокаций. Упрочнение образца, вызванное "мгновенной деформацией", приводит к увеличению микроскопического предела упругости (рис.7). Это обуславливает повышение напряжения, при котором образуется первая ступенька.

Это согласуется с тем, что повторное нагружение образца в пределах микроупругости приводит к повышению микроскопического предела упругости [9]. Зависимость микроскопического предела упругости от "мгновенной деформации" аналогична зависимости  $\tau_s$  для никеля и меди от предварительной пластической деформации, не превышающей деформацию, соответствующую III стадии упрочнения [10].

Одним из возможных механизмов образования новых дислокаций является механизм Франка-Рида. Алефельд и Бауэр предложили рассматривать процесс освобождения дислокационных сегментов как постепенное диффузионное перераспределение точечных дефектов под влиянием внешнего напряжения. Вследствие перераспределения точечных дефектов увеличивается эффективная длина дислокационного сегмента. Таким образом, при действии на образец постоянного напряжения протекают два

различных, но связанных между собой процесса: направленная диффузия в ядре дислокации, приводящая к увеличению длины дислокационных сегментов, и размножение дислокаций, если приложенное напряжение достаточно для того, чтобы образовавшиеся свободные сегменты могли испускать дислокации.

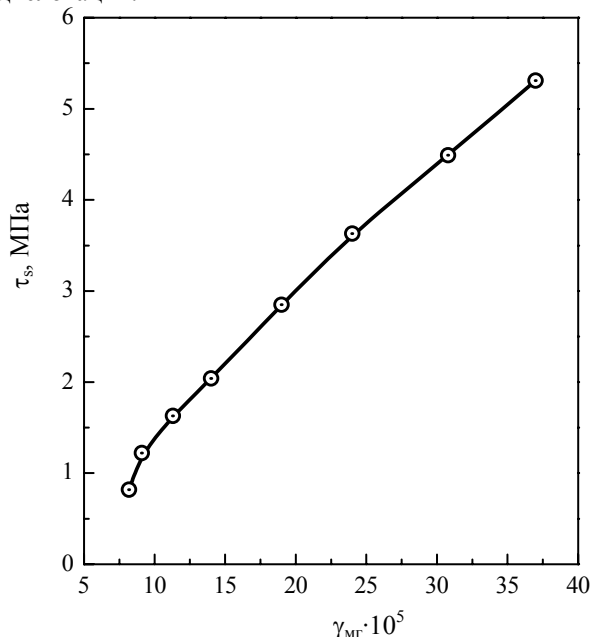


Рис. 7. Зависимость микроскопического предела упругости  $\tau_s$  от "мгновенной деформации"  $\gamma_{me}$

Для протекания процесса перераспределения точечных дефектов вдоль дислокации необходимо, чтобы диффузия в ядре дислокации происходила легче, чем обмен точечными дефектами между дислокацией и объемом зерна. По-видимому, это требование достаточно хорошо выполняется при описанных условиях эксперимента. Подтверждением этому служит тот факт, что энергия активации диффузии в ядре дислокации в 2,6 раза ниже энергии активации объемной самодиффузии в свинце [11]. Более низкие энергии активации дают основание предположить, что скорость ползучести при промежуточных температурах ( $0,3 T_{пл} < T < 0,6 T_{пл}$ ) контролируется диффузией вдоль дислокационных ядер [12]. Наблюдаемые закономерности немонокотной ползучести можно качественно объяснить в рамках зарождения дислокаций в процессе ползучести в структуре, возникшей под действием "мгновенной деформации" и температуры. Источниками дислокаций могут служить свободные дислокационные сегменты. Длина сегментов изменяется в зависимости от приложенного напряжения, предыстории образца, а также вследствие диффузии в ядре дислокации. Если длины свободных дислокационных сегментов сравнимы по величине с длиной источника Франка-Рида, происходит генерация дислокаций при различных уровнях напряжения. Исходя из этого, длина свободного дислокационного сегмента, способного активироваться при заданном уровне напряжения, была оценена по формуле:

$$l_c = \frac{Gb}{\tau_s},$$

где  $\tau_s$  - микроскопический предел упругости. Полученные значения  $l_c$  приведены в таблице.

Длина свободного дислокационного сегмента свинца при разных напряжениях

$\tau$ , МПа	$l_c$ , мкм
0,82	2,56
2,04	1,03
5,13	0,356

Естественно, что более длинные сегменты активируются раньше, чем более короткие.

Вновь образовавшиеся дислокации при скольжении на своем пути встречают различного рода препятствия. В процессе деформации дислокации затормаживаются. Локальное поле напряжений заторможенных дислокаций будет возрастать с увеличением деформации пропорционально числу заторможенных дислокаций. Когда поле напряжений достигнет уровня, необходимого для преодоления поля напряжений препятствия, направленного против приложенного напряжения, происходит прорыв дислокаций. Это приводит к появлению ступеньки на кривой ползучести. При напряжениях, ниже макроскопического предела упругости, высота ступеньки  $\gamma_{ст}$  равна  $10^{-6}$ , при напряжениях, превосходящих макроскопический предел упругости, значение  $\gamma_{ст}$  возрастает в 2 раза и при дальнейшем увеличении напряжения остается неизменным (см. рис. 6). Авторы работы [4] наблюдали увеличение колебания скорости ползучести на мелкозернистом алюминии, соответствующее скачку деформации, от 1,2 мкм при очень низких напряжениях до 1,7 мкм при напряжениях, составляющих почти половину предела текучести. Высота ступеньки при относительной деформации  $10^{-6}$  соответствует сдвигу на поверхности образца 1,3 мкм, что находится в хорошем согласии с работой [4]. Песчанская с сотрудниками также определили изменения скачков деформации при разных степенях общей деформации: для монокристалла алюминия минимальный скачок составлял 1,1...0,8 мкм, для олова с величиной зерна 50...70 мкм – 1,4; 1,2 мкм. У крупнозернистого свинца (90...110 мкм) минимальный скачок равен 1,3; 0,9 мкм, максимальный – 100; 120 мкм. Авторы сделали вывод о том, что максимальный пробег дислокации равен размеру зерна. Минимальное значение пробега может означать, что барьеры для движущейся дислокации могут создаваться в процессе деформирования и действующего напряжения, недостаточного для продвижения дислокации через все зерно.

Период времени  $\Delta t$  следует рассматривать как время, необходимое для образования свободных дислокационных сегментов, способных генерировать дислокации. При постоянном напряжении  $\Delta t$  с течением времени возрастает (см. рис.4). Сначала активируются более длинные дислокационные сег-

менты. Для активации более коротких сегментов необходимо образование свободных сегментов, длина которых удовлетворяет условиям Франка-Рида. Время для образования таких сегментов  $\Delta t$  возрастает. При увеличении напряжения величина  $\Delta t$ , наоборот, снижается (см. рис. 3), так как составляющая напряжения вдоль дислокации, под действием которой происходит перемещение точек закрепления в ядре дислокации, увеличивается. Ступенька определяется двумя параметрами: высотой  $\gamma_c$  и протяженностью  $l_c$ . Протяженность ступеньки, по-видимому, характеризует процесс размножения дислокаций.

Однако при увеличении напряжения  $t_c$  изменяется немонотонно как в начале процесса ползучести, так и на более позднем этапе. При повышении напряжения в пределах макроупругости  $t_c$  возрастает от 2 до 5 мин, при  $\tau \sim 3,5$  МПа  $t_c$  достигает максимального значения (7 мин), при дальнейшем повышении  $\tau$  величина  $t_c$  резко снижается и составляет 2 и 4 мин в начале и конце процесса соответственно. Из графиков (см. рис. 5, 6) следует, что при достижении напряжения, равного пределу текучести, как высота, так и протяженность ступеньки резко возрастают.

Оценка количества дислокаций, обуславливающих появление ступеньки величиной  $10^{-6}$ , дает значение  $10^3$ . Это не противоречит оценочным данным, приведенным в работах [13,14]. Естественно, что такое количество дислокаций обеспечивается работой многих источников.

Деформация, приходящаяся на участки с ускоренной ползучестью, зависит от напряжения. При напряжении 2,04 МПа деформация, вызванная ступеньками в течение 1 ч, достигает  $\sim 50\%$  общей деформации. Остальная доля общей деформации связана, по-видимому, с другими механизмами ползучести.

## ВЫВОД

Ступенчатая ползучесть обусловлена периодическим размножением дислокаций вследствие диффузионных процессов, протекающих в ядре дислокации.

## ЛИТЕРАТУРА

1. В.Н. Рожанский, Ю.В. Горюнов, Е.Д. Шукин. Исследование скачкообразной деформации методом электропроводности // *ФММ*. 1956, т. 3, в. 1, с. 113-126.
2. Л.Н. Быстров, Л.И. Иванов, Д.А. Прокошкин. Ползучесть меди и сплавов медь-никель при кручении // *Известия Академии наук СССР, ОТН. Металлургия и топливо*. 1962, № 5, с. 197-209.
3. В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов. Немонотонность ползучести кристаллов LiF с разным содержанием Mg // *ФТТ*. 1998, т. 40, № 4, с. 690-693.
4. Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман, А.В. Синани, Б.И. Смирнов. Скачки деформации микронного уровня на разных стадиях ползучести кристаллических тел // *ФТТ*. 2004, т. 46, в. 11, с. 1991-1995.

5. В.Н. Рожанский. Неравномерности пластической деформации кристаллов // *УФН*. 1958, т. LXV, № 3, с. 388-406.
6. Р.И. Гарбер, Т.Т. Могильникова, Г.Г. Чечельницкий, В.И. Коваленко. Установка для исследования внутреннего трения при крутильных колебаниях // *Машины и приборы для испытания материалов*. М.: «Металлургия», 1968, с. 119-121.
7. Р.И. Гарбер, Т.Т. Могильникова. К вопросу об определении предела упругости реальных твердых тел // *ФММ*. 1962, т. 13, в. 2, с. 314-315.
8. Р.И. Гарбер, Т.Т. Могильникова. Размножение дислокаций при совместном воздействии периодических и нарастающих напряжений // *Кристаллография*. 1969, т. 14, № 1, с. 137-139.
9. Р.И. Гарбер, Т.Т. Могильникова. Влияние предварительной деформации на истинный предел упругости и микроскопические потери твердого тела // *Механизмы внутреннего трения в твердых телах*. М.: «Наука», 1976, с. 85-87.
10. Т.Т. Могильникова, Т.А. Молодкина, Л.М. Нероденко, Б.А. Мовчан. Сравнительный анализ влияния пластической деформации на микроскопический предел упругости меди и никеля // *Проблемы прочности*. 1988, № 7, с. 47-49.
11. Р.И. Гарбер, Т.Т. Могильникова. Частотная зависимость микропластических потерь в свинце // *Взаимодействие между дислокациями и атомами примесей и свойства металла*. Тула: Изд-во Тульского политехнического института, 1974, с. 122-127.
12. S.L. Robinson, O.D. Sherly. Mechanical behavior of polycrystalline tungsten at elevated temperature // *Acta Metallurgica*. 1969, v. 17, № 2, p. 109-125.
13. В.И. Лихтман, Е.Д. Щукин, П.А. Ребиндер. *Физико-химическая механика металлов*. М.: Изд-во АН СССР, 1962, 303 с.
14. Л.Н. Загоруйко, А.Н. Осецкий, В.П. Солдатов. Скачкообразная деформация монокристаллов цинка в условиях ползучести // *ФММ*. 1977, т. 43, в. 5, с. 1079-1087.

*Статья поступила в редакцию 31.03.2009 г.*

## СТУПІНЧАСТА ПОВЗУЧІСТЬ СВИНЦЮ

*Т.Т. Могильникова*

Приведені результати дослідження ступінчастої повзучості полікристалічного свинцю в умовах дії напруги зсування. Запропонований механізм, в межах якого ступінчаста деформація пояснюється періодичним розмноженням дислокацій унаслідок дифузійних процесів, що відбуваються в ядрі дислокації.

## STEP CREEP OF LEAD

*T.T. Mogilnikova*

The results of research of step creep of polycrystalline lead are presented the conditions of action of a shear stress. A mechanism, within the framework of which the step deformation is explained by periodic reproduction of dislocations because of diffusive processes, what be going on in the dislocation core.