

Низкотемпературный механический гистерезис в сверхупругих сплавах In–Pb

Л. С. Фоменко, В. Д. Нацик, С. В. Лубенец

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: fomenko@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 20 июля 2001 г.

В интервале температур 1,7–180 К изучен обусловленный псевдодвойникованием механический гистерезис в сплавах In–Pb с концентрацией 6, 8 и 11,6 ат.% Pb. Оценены параметры гистерезиса: термодинамическое напряжение τ_T , ответственное за обратимость деформации (сверхупругость), и напряжение трения τ_f , характеризующее сопротивление, оказываемое кристаллической решеткой и ее дефектами движению двойниковых границ. Показано, что параметры механического гистерезиса определяются атермическими процессами: доля образца, перешедшая в двойниковую (при разгрузке – в материнскую) ориентацию, зависит только от величины приложенного напряжения. С ростом концентрации свинца τ_T увеличивается, а τ_f уменьшается. Одним из основных условий проявления сверхупругости является выполнение неравенства $\tau_T > \tau_f$. Изучено упрочнение сверхупругих сплавов в процессе циклического нагружения (до 300 циклов). В сплавах с 8 ат.% Pb циклическое нагружение приводит к небольшому расширению гистерезисной петли. Для сплава с 6 ат.% Pb характерно сильное искажение гистерезисной петли с появлением участка переходного упрочнения с большим коэффициентом деформационного упрочнения. Предложено аналитическое описание диаграм циклического деформирования сверхупругого сплава.

В інтервалі температур 1,7–180 К вивчено обумовлений псевдодвійникованням механічний гістерезис в сплавах In–Pb з концентрацією 6, 8 і 11,6 ат.% Pb. Оцінено параметри гістерезису: термодинамічне напруження τ_T , відповідальне за оборотність деформації (надпружність), та напруження тертя τ_f , що характеризує опір, який чинить кристалічна ґратка і її дефекти руху двійникових границь. Показано, що параметри механічного гістерезису визначаються атермічними процесами: частка зразка, що перейшла в двійникову (при розвантаженні – в материнську) орієнтацію, залежить лише від величини прикладеного напруження. З ростом концентрації свинцю τ_T збільшується, а τ_f зменшується. Однією з основних умов появи надпружності є виконання нерівності $\tau_T > \tau_f$. Вивчено зміцнення надпружних сплавів в процесі циклічного навантаження (до 300 циклів). В сплавах з 8 ат.% Pb циклічне навантаження викликає незначне розширення гістерезисної петлі. Для сплава з 6 ат.% Pb є характерним значне спотворення гістерезисної петлі з появою ділянки перехідного зміцнення з великим коефіцієнтом деформаційного зміцнення. Запропоновано аналітичний опис діаграм циклічного деформування надпружного сплава.

PACS: 62.20.–x, 62.20.Fe

1. Введение

В предыдущих работах [1,2] мы обнаружили, что монокристаллы сплавов In–Pb с 6 и 8 ат.% Pb при температурах $T \lesssim 180$ К проявляют свойство сверхупругости, т.е. обратимости больших пластических деформаций. Была установлена однозначная связь эффекта сверхупругости в сплавах In–Pb с их двойникованием и обратимым движением границ плоскопараллельных двойниковых прослоек.

Предварительное исследование диффузного рассеяния рентгеновских лучей указывает на то, что эти сплавы являются локально упорядоченными твердыми растворами: в них формируется ближний порядок типа кластеризации. Как показал Кан [3], двойникование в упорядоченных сплавах, протекающее по системам, характерным для неупорядоченного состояния, с неизбежностью приводит к образованию псевдодвойников, имеющих структуру кристаллической решетки,

отличную от структуры матрицы. В результате химический потенциал псевдодвойника оказывается выше, чем химический потенциал матрицы, а их разность определяет движущую силу — термодинамическое напряжение τ_T , которое обеспечивает протекание при снятии внешней нагрузки обратного процесса — раздвойникового.

Движению двойниковых границ как при двойниковании, так и при раздвойниковании препятствует сила трения, обусловленная потенциальными барьерами, создаваемыми кристаллической решеткой и ее дефектами. При нагружении внешнее напряжение τ направлено на преодоление термодинамического напряжения τ_T и напряжения трения τ_f . При разгрузке обратное движение двойниковых границ протекает под действием термодинамического напряжения, которое уравновешивается напряжением трения и внешним напряжением. Отсюда следует, что напряжения начала двойникования τ_t и раздвойникования τ_u могут быть записаны в виде [4,5]

$$\tau_t = \tau_T + \tau_f, \quad (1)$$

$$\tau_u = \tau_T - \tau_f. \quad (2)$$

Соотношения (1) и (2) могут быть использованы для описания процессов двойникования и раздвойникования, протекающих при отсутствии упрочнения. На рис. 1 показана схема идеализированной гистерезисной петли. Подобные петли реализуются в достаточно совершенных кристаллах высококонцентрированных сплавов In–Pb, тогда как для большинства материалов замкнутые петли механического гистерезиса наблюдаются только в условиях знакопеременного нагружения [6].

Изображенная на рис. 1 петля отражает ситуацию, когда при достижении внешним напряжением величины $\tau_T + \tau_f$ происходит одновременная перестройка структуры всего монокристалла в двойниковую. Это соответствует величине сдвиговой деформации, равной двойниковому сдвигу $\gamma_{\max} = s \approx 0,15$ для In и обсуждаемых твердых растворов. Обратный процесс (восстановление исходных размеров образца) состоит в перестройке двойниковой структуры в материнскую и происходит при уменьшении внешнего напряжения до величины $\tau_T - \tau_f$. Для реализации петли гистерезиса, близкой к идеализированной, образец должен иметь максимально однородную атомную структуру и распределение дефектов кристаллической решетки. В реальных условиях образец всегда в той или иной мере неоднороден, так что имеется распределение параметров τ_T и τ_f по ве-

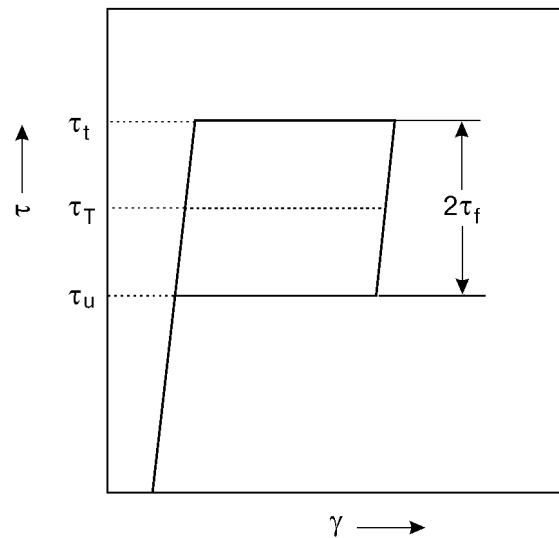


Рис. 1. Схема идеализированной петли напряжение–деформация сверхупругого кристалла.

личине. Кроме того, в ходе деформации в образце возможно протекание процессов упрочнения, связанных с возникновением новых дефектов кристаллической решетки. В результате деформация двойникованием образца будет осуществляться в некотором интервале напряжений. Тем не менее соотношения (1) и (2) могут быть использованы для приближенной оценки микроскопических параметров τ_T и τ_f [4,5].

Согласно (2), обратное движение двойниковых границ при разгрузке возможно только при выполнении неравенства

$$\tau_T > \tau_f. \quad (3)$$

По-видимому, именно условие (3) является критическим для проявления эффекта сверхупругости во многих сплавах. В настоящее время известно множество двойникоующихся сплавов, обладающих той или иной степенью порядка в расположении атомов разного сорта, однако лишь единицы из них проявляют эффект сверхупругой деформации, обусловленный обратимым двойникованием [7].

Известно, что предельная растворимость свинца в индии около 12 ат.%. Ранее было показано [2], что в кристаллах сплава In–3,5 ат.% Pb эффект сверхупругости не наблюдается, и их пластическая деформация полностью необратима. В связи с этим представляло интерес расширить интервал концентраций свинца в сплаве In–Pb в пределах растворимости и более детально проанализировать условия выполнения неравенства (3) и проявления эффекта сверхупругости. В данной работе проведено комплексное исследование де-

формационных свойств сплава для четырех значений концентрации Pb: 3,5, 6, 8 и 11,6 ат.%. Для каждого сплава получены значения величин τ_T и τ_f , а также изучено влияние на них температуры и скорости деформации. Показано, что сверхупругая деформация в кристаллах In–Pb определяется атермическими процессами. Эффект сверхупругости исчезает в кристаллах сплава с 3,5 ат.% Pb, а в случае более концентрированных сплавов подавляется ростом температуры $T > 180$ К; в обоих случаях это соответствует примерному равенству величин τ_T и τ_f .

Представляло также интерес изучить поведение параметров τ_T и τ_f при упрочнении сверхупругих сплавов в результате их циклического нагружения. Установлено, что упрочнение приводит к увеличению среднего значения и появлению дисперсии распределения параметра τ_f в образцах сплава, что является следствием роста числа дефектов кристаллической решетки (дислокаций) и усиления неоднородности их распределения по образцу.

Результаты данного исследования сопоставлены с литературными данными, полученными при изучении упругого двойникования и сверхупругости, связанной с образованием мартенсита напряжения.

2. Методика эксперимента

Эксперименты выполнены на монокристаллических образцах сплава In–Pb, в которых концентрация свинца имела значения 3,5, 6, 8 и 11,6 ат.%. Методика выращивания монокристаллов и приготовления образцов подробно описана в [8]. Образцы размерами 5×5×15 мм деформировали сжатием вдоль оси [001] со скоростью сдвиговой деформации в системе двойникования в интервале $\dot{\gamma} = 10^{-5}$ – 10^{-2} с⁻¹ при температурах в диапазоне 1,7–300 К на деформационной машине МРК-1 конструкции ФТИНТ НАНУ. Деформационные кривые записывали одновременно на двух самописцах: КСП-4 в координатах нагрузка–время нагружения и ПДП-4 в координатах нагрузка–смещение тяги деформационной машины.

Неупругая деформация кристаллов протекала исключительно двойникованием. Равнонагруженными были все четыре системы двойникования {101} <101>, однако активно работали обычно одна или две системы. Некоторые из образцов подвергали многократному двойникованию (до $n = 100$ –300 циклов нагружение–разгрузка). Циклическое нагружение проводили при $T = 77$ К и скорости движения штока деформирующей маши-

ны $\dot{h} = 1$ мм/мин (h — высота образца), что соответствует средней скорости деформации сдвига $\dot{\gamma} = 2,2 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹. Образец в каждом цикле деформировали заданное время $t_0 = \text{const}$, за которое суммарная упругая деформация и деформация двойникования $\gamma_0 = 2\dot{h}t_0/h$ не превышала половины предельной деформации ($2/3$) γ_{max} (третья часть высоты h образца в области торцов по геометрическим причинам не участвует в пластическом сдвиге).

Напряжение трения τ_f вычисляли как половину частного от деления площади гистерезисной петли на величину конечной деформации, что обеспечивало усреднение величины τ_f по образцу. Термодинамическое напряжение τ_T определяли как разность между напряжением начала двойникования и напряжением трения. Для получения зависимости параметров τ_T и τ_f от концентрации свинца выбирали образцы, гистерезисные петли которых были наиболее близки к идеальным. Двойникование в этих образцах осуществлялось за счет движения свободных двойниковых границ, не имевших пересечений с двойниками других систем или с торцами образца, соприкасающимися с опорными поверхностями деформирующего устройства. Коэффициент упрочнения в данных кристаллах имел весьма малые значения, что указывало на их достаточную однородность.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

3.1. Оценка параметров механического гистерезиса и их зависимость от концентрации свинца и условий эксперимента

Форма гистерезисных петель. На рис. 2,а показана близкая к идеальной гистерезисная петля для одного из достаточно совершенных образцов сплава с 8 ат.% Pb при $T = 77$ К, исходя из которой были определены параметры τ_T и τ_f . Для данного образца $\tau_T = 0,62$ МПа и $\tau_f = 0,06$ МПа, так что неравенство (3) выполняется.

Напряжение трения является структурно чувствительной величиной. Оно тем больше, чем менее совершенна исходная структура образца, и растет при увеличении плотности деформационных дефектов. Возможна также зависимость напряжения трения от температуры и скорости деформации [9]. На рис. 2,б показана гистерезисная петля для другого образца сплава той же концентрации, но менее совершенного по своей исходной дефектной структуре. Значение напряжения τ_T не изменилось, тогда как напряжение трения τ_f существенно увеличилось: $\tau_T = 0,62$ МПа и $\tau_f = 0,22$ МПа. Тем не менее нера-

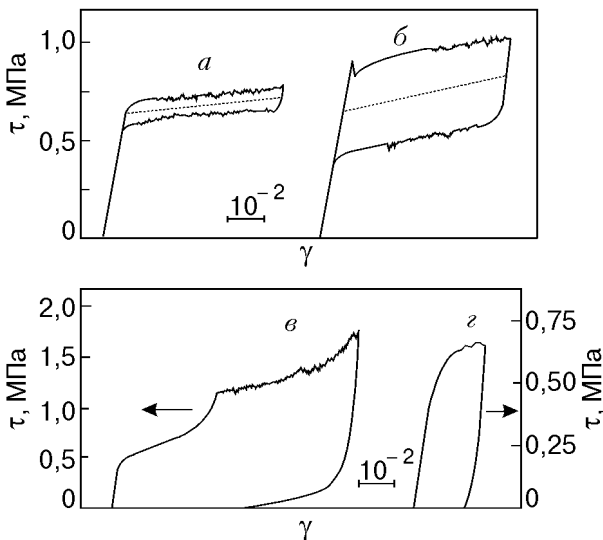


Рис. 2. Деформационные кривые кристаллов сплавов In-Pb: *a, б* – In-8 ат.% Pb, $T = 77$ K; *в, з* – In-6 ат.% Pb, $T = 150$ и 225 K соответственно.

венство (3) выполняется и для этого образца, так что деформация остается полностью обратимой.

На рис. 2, *в* показан пример петли с частично обратимой деформацией для образца сплава In-6 ат.% Pb, который многократно циклически деформировали. В заключительном цикле пластическая деформация составила порядка 6%, а остаточная деформация порядка 4%. В результате циклической деформации сильно возросла площадь гистерезисной петли (т.е. напряжение трения) и исказилась ее форма. Большая доля необратимой деформации указывает на нарушение неравенства (3). Полное восстановление размеров образца в данном случае возможно лишь при изменении знака внешнего напряжения, при этом по величине внешнее напряжение должно быть равно разности напряжения трения и термодинамического напряжения*.

Влияние температуры. На рис. 3 показаны температурные зависимости нормированных на модуль сдвига напряжений начала двойникования и раздвойникования для сплава In-8 ат.% Pb [2]. Значения τ_t и τ_u измерены на одном образце путем его многократного нагружения и разгруз-

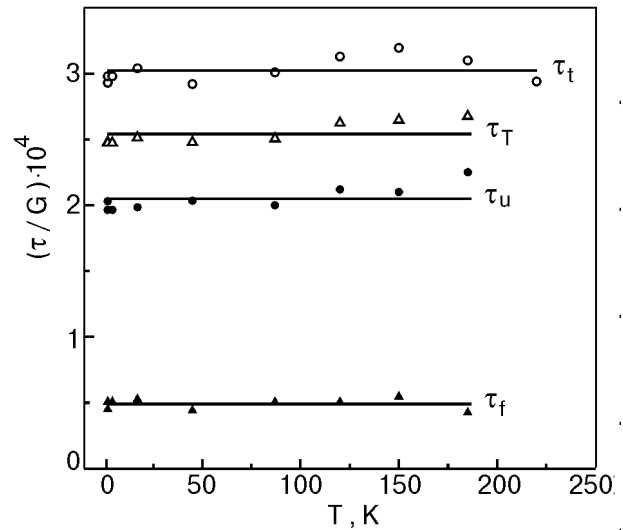


Рис. 3. Температурные зависимости напряжений τ_t , τ_u , τ_T и τ_f , нормированных на модуль сдвига в системе двойникования, для кристаллов сплава In-8 ат.% Pb.

ки при различных температурах. Видно, что при $T \leq 180$ K зарождение двойников и их выход из кристалла определяются факторами, которые не чувствительны к температуре испытания. На рис. 3 приведены также значения величин τ_T и τ_f , вычисленные с использованием соотношений (1) и (2). Нечувствительность к температуре напряжений τ_t и τ_u эквивалентна отсутствию зависимости от температуры и вычисляемых величин τ_T и τ_f . В случае сплавов In-11,6 ат.% Pb и In-6 ат.% Pb [2] значения напряжения τ_t и τ_u при $T \leq 180$ K также не зависели от температуры испытания.

Как уже отмечалось, сверхупругое поведение сплавов In-Pb наблюдается лишь при $T \leq 180$ K. При более высоких температурах ≥ 225 K двойники остаются в кристалле и после снятия нагрузки, так что вся введенная в кристалл деформация является необратимой (см. рис 2, *з*). Причиной подавления эффекта сверхупругости при повышении температуры является активизация диффузионных процессов, которые способствуют восстановлению в образце равновесного локального атомного порядка, нарушенного двойниковым сдвигом: следствием этого является резкое убыва-

* Интересно сопоставить описанный здесь эффект необратимой деформации двойникования сплавов In-Pb с наблюдаемым при достаточно низких температурах необратимым изменением длины упругого (клиновидного) двойника в кальците [10]. При $T < 200$ K для сокращения клиновидного тонкого двойника в кальците также необходимо приложить к образцу напряжение обратного знака, что является следствием сильного увеличения напряжения трения в результате охлаждения. Заметим только, что возвращающая сила при упругом двойниковании имеет иную природу, чем при псевдодвойниковании, а именно, она связана с поверхностной энергией двойниковой границы [11].

ние термодинамического напряжения τ_T с повышением температуры и увеличением времени выдержки образца под нагрузкой [12].

По характеру влияния температуры на термодинамическое напряжение τ_T сверхупругость, обусловленная псевдодвойникованием, резко отличается от сверхупругости, связанной с образованием мартенсита напряжения. В последнем случае напряжения образования мартенсита и матричной фазы в мартенсите, а следовательно, и τ_T , линейно зависят от температуры и обращаются в нуль при температурах начала прямого и обратного мартенситных превращений [13]. Постоянство величины τ_T в сплавах In–Pb при $T \leq 180$ К указывает на то, что изучаемое нами явление не относится к классу обычных мартенситных превращений: обсуждаемое здесь псевдодвойникование есть особый вид мартенситного превращения, которое протекает только под действием внешней нагрузки и не может вызываться изменением температуры.

Влияние скорости деформации. Скачкообразное изменение скорости деформации в пределах $10^{-5} \text{ с}^{-1} < \dot{\gamma} < 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ в процессе деформирования образцов сверхупругих сплавов In–Pb при $T \leq 180$ К заметно не отражается на деформационной кривой τ – γ : на ней не наблюдаются ни скачки, ни изломы, характерные для деформации скольжением. Параметры гистерезисных петель τ_t , τ_u , τ_T и τ_f также не чувствительны к скорости деформации. Это согласуется с отсутствием влияния температуры на указанные параметры, наличием только мгновенной ползучести при ступенчатом нагружении образца и отсутствием релаксации напряжений при выключении деформационной машины [2]. Отсутствие скоростной зависимости параметра τ_f означает, что сопротивление деформации двойникования при достаточно малых скоростях имеет характер сухого трения.

Скорость деформации не оказывает заметного влияния на параметры деформации сплавов In–Pb только в области их сверхупругого поведения, т.е. при $T \leq 180$ К. В области температур, при которых активизируются диффузионные процессы, скорость деформации может играть критическую роль в проявлении эффекта сверхупругости. Так, переход к ударному нагружению, при котором образец находится в нагруженном состоянии в течение ~ 30 мкс, позволил наблюдать сверхупругую деформацию при комнатной температуре [12]. Причина состоит в том, что даже при высокой температуре за достаточно короткие времена нагружения в двойнике не успевает восстано-

вляться равновесный атомный порядок, нарушенный двойникованием.

Влияние концентрации свинца. Параметры механического гистерезиса были найдены для сплавов трех концентраций: 6, 8 и 11,6 ат.% Pb; эти данные приведены на рис. 4. Видно, что термодинамическое напряжение линейно возрастает при увеличении концентрации Pb, в то время как напряжение трения уменьшается. Для сплава с 3,5 ат.% Pb термодинамическое напряжение было найдено экстраполяцией зависимости $\tau_T(c)$ на область малых концентраций (рис. 4), а напряжение трения τ_f определено как разность между напряжением начала двойникования и τ_T . Оказалось, что для сверхупругих сплавов In–Pb с 6, 8 и 11,6 ат.% Pb неравенство (3) хорошо выполняется, особенно для сплавов с 8 и 11,6 ат.% Pb. По мере уменьшения концентрации свинца соотношение между этими двумя напряжениями меняется вследствие уменьшения τ_T и увеличения τ_f . Наконец, для сплава с 3,5 ат.% Pb имеем примерное равенство τ_T и τ_f , что и приводит к подавлению эффекта сверхупругости.

Природа атермичности низкотемпературной сверхупругой деформации в сплавах In–Pb. Термодинамическое напряжение, порождаемое нарушением равновесного атомного порядка при двойниковом сдвиге в локально упорядоченном сплаве In–Pb, однозначно определяется степенью этого порядка, которая, как показывает теория и эксперимент [14], зависит от температуры. Однако для многих сплавов степень ближнего порядка остается неизменной в широком интервале температур [15]. В случае сплавов In–Pb постоянство с тем-

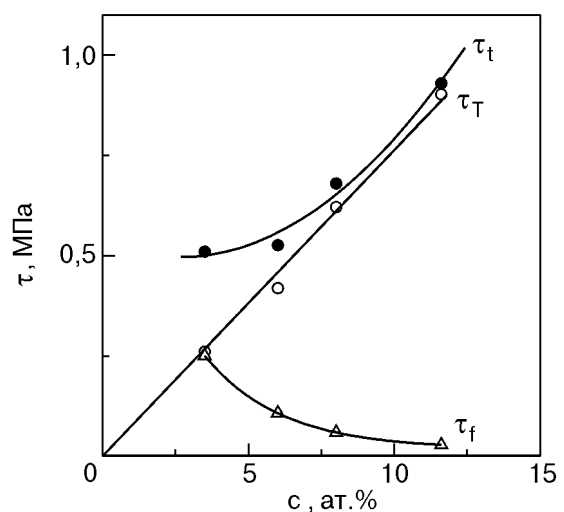


Рис. 4. Концентрационные зависимости напряжений τ_t , τ_T и τ_f для кристаллов In–Pb при температуре $T = 77$ К.

пературой термодинамического напряжения может указывать либо на независимость равновесного параметра порядка от температуры, либо на «замораживание» диффузионных процессов. Ниже некоторой температуры время диффузионной релаксации параметра порядка может оказаться больше характерного лабораторного времени, и в области низких температур будет проявляться «замороженный» порядок, установившийся при повышенных температурах.

При отсутствии термодинамического напряжения τ_T напряжение трения τ_f будет играть роль предела текучести для двойникового кристалла. Напряжение трения может быть представлено как сумма двух компонент: атермической, обусловленной дальнедействующими внутренними напряжениями, и зависящей от температуры компонентой, которая связана с торможением двойниковой границы барьерами атомного масштаба — рельефом Пайерлса, примесями и т.п. Естественно предположить, что основной вклад в атермическую компоненту напряжения трения в исходных образцах вносят внутренние напряжения, создаваемые полными дислокациями роста. Эта часть атермической компоненты напряжения трения может быть вычислена по формуле [16]

$$\tau_{fd} = \alpha G b \rho^{1/2}, \quad (4)$$

где G — модуль сдвига, b — модуль вектора Бюргера, ρ — плотность ростовых дислокаций, α — постоянная порядка 0,2, точное значение которой зависит от специфики в расположении дислокаций. Напряжение τ_{fd} может существенно увеличиваться при циклической деформации образца по мере накопления в нем возникающих в процессе циклирования свежих дислокаций.

Зависящая от температуры компонента напряжения трения вычислена теоретически для случая, когда расширение двойниковой прослойки контролируется движением двойнивающих дислокаций [17]. Влияние температуры оказалось различным в зависимости от характера движения двойнивающих дислокаций: в случае высокоскоростного (надбарьерного) движения границ напряжение трения увеличивается с ростом температуры в меру температурной зависимости коэффициента вязкого торможения дислокаций; при термоактивированном движении двойнивающих дислокаций с предельно малыми скоростями напряжение трения в первом приближении изменяется пропорционально температуре. Сильная температурная зависимость силы трения, зарегистрированная при упругом двойниковании совершенных кристаллов кальцита с плотностью

полных дислокаций $\rho \sim 10^2 \text{ см}^{-2}$, связана с преодолением двойнивающими дислокациями потенциального рельефа Пайерлса [9]. Для ГЦК кристаллов характерны низкие значения напряжения Пайерлса, так что и для кристаллов In–Pb, решетка которых близка к ГЦК, этой компонентой трения, по-видимому, можно пренебречь.

Процесс двойникования включает в себя прежде всего зарождение двойнивающих дислокаций и затем их последующее движение в плоскости двойникования. Тот факт, что в случае сплавов In–Pb напряжение трения при $T \lesssim 180 \text{ К}$ оказалось нечувствительным к изменению температуры и скорости деформации, означает, что в этих условиях основную часть τ_f составляет дальнедействующая компонента, а контролирующим фактором процесса двойникования является атермическое зарождение двойнивающих дислокаций. Оценка напряжения трения в сплавах In–Pb по формуле (4) при $\alpha = 0,2$ и плотности ростовых дислокаций $\rho \sim 10^7 \text{ см}^{-2}$, характерной для данных сплавов, дает значение, близкое к измеряемому ($\tau_{fd} \approx 0,06 \text{ МПа}$). Вклад полных ростовых дислокаций в напряжение трения наблюдался также в кристаллах кальцита с большой плотностью полных дислокаций $\rho \sim 10^4 \text{ см}^{-2}$ [9].

Анализ полученных зависимостей $\tau_T(c)$ и $\tau_f(c)$ для сплавов In–Pb дает возможность уточнить микроскопическую природу изучаемых параметров. Термодинамическое напряжение τ_T определяется степенью упорядочения сплава и по этой причине зависит от концентрации легирующего элемента. Согласно [18] степень ближнего порядка линейно увеличивается с ростом c в некотором интервале концентраций. Это находит подтверждение в наших экспериментах (рис. 4), если предположить, что τ_T в первом приближении пропорционально степени локального порядка. Вместе с тем при увеличении концентрации свинца величина напряжения трения τ_f уменьшается (рис. 4). Это означает, что примесные дефекты дают незначительный вклад в напряжение трения, но наличие примесных комплексов, по-видимому, способствует зарождению двойнивающих дислокаций.

Что касается полных дислокаций, то их исходная плотность, а также плотность дислокаций, возникающих в образце на стадии микродеформации скольжением, должна уменьшаться с ростом концентрации свинца вместе с увеличением предела текучести для деформации скольжением. Таким образом, полученные результаты свидетельствуют в пользу гипотезы о дислокационной природе силы трения τ_f при двойниковании In–Pb.

3.2. Деформационное упрочнение при циклической деформации сверхупругих сплавов In-Pb

На рис. 5,а показаны деформационные кривые для образца сплава In-6 ат.% Pb, наблюдаемые при циклической деформации нагружение-разгрузка в режиме фиксированной величины суммарной деформации $\gamma_0 \approx 1,7\%$. Обратим внимание на происходящее в результате многократного циклирования изменение формы гистерезисных петель:

- увеличение числа циклов приводит к постепенному расширению петель гистерезиса по вертикали, т.е. к росту τ_f ;

- стадия легкого двойникования с каждым циклом сокращается и смещается в область более высоких напряжений, при этом коэффициент деформационного упрочнения $\theta = d\tau/d\gamma$ на стадии легкого двойникования слабо возрастает;

- сразу после достижения предела текучести τ_t наблюдается интенсивное развитие деформационного упрочнения, а именно, перед стадией легкого двойникования появляется переходный участок, где двойникование осуществляется при плавном уменьшении θ , но при этом величина τ_t от числа циклов практически не зависит;

- доля пластического сдвига в пределах заданной деформации уменьшается;

- раздвойникование затягивается вплоть до полной разгрузки, и увеличение числа циклов приводит к появлению остаточной деформации.

Для кристаллов In-8 ат.% Pb эти изменения невелики, накапливаются медленнее и сводятся главным образом к расширению петли: рост τ_f примерно на 50% после 150 циклов; на рис. 2,а показана петля первого цикла нагружение-разгрузка. В случае же кристаллов In-6 ат.% Pb видно, что уже первая петля заметно отличается от идеализированной (сравним рис. 5,а, цикл 1 и рис. 2): раздвойникование в области кристалла, искаженной в процессе двойникования на этапе нагружения, встречает большее сопротивление.

Рассмотрим более подробно переходное деформационное упрочнение. Это область в промежутке между начальным линейным участком, соответствующим упругой деформации образца, и стадией легкого двойникования на этапе нагружения, а также соответствующая часть петли на этапе разгрузки. На схеме гистерезисной петли (рис. 5,б) показаны основные обозначения, использованные для описания переходного упрочнения: τ_t и τ_u — соответственно напряжения начала двойникования и начала раздвойникования; γ_t и γ_u — деформации, отвечающие этим напряжениям; $O'A$ и

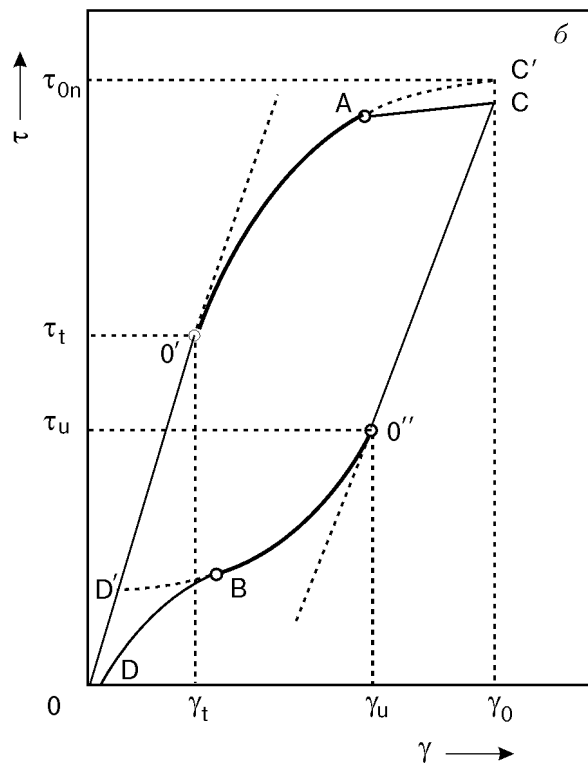
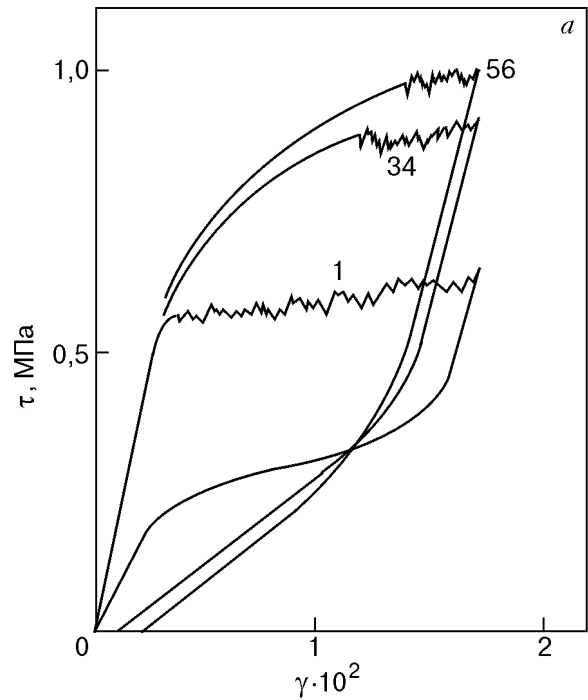


Рис. 5. Деформационные кривые кристаллов сплава In-6 ат.% Pb для циклов нагружение-разгрузка при фиксированной конечной деформации $\gamma_0 \approx 1,7\%$, $T = 77$ К (а); схема деформационной кривой для анализа деформационного упрочнения на стадии нагружения (отрезок $O'A$) и разгрузки (отрезок $O''B$); AC — область легкого двойникования, AC' и BD' — графическая экстраполяция участков переходного упрочнения (б).

0''В — участки петли, отвечающие переходному деформационному упрочнению; AC' и BD' — графическая экстраполяция участков переходного упрочнения на стадиях нагружения и разгрузки [см. ниже формулы (13) и (14)].

Напряжения τ_t и τ_u определяли по началу отклонения деформационной кривой от линейного (упругого) участка. Оказалось, что эти величины практически не зависят от номера цикла, и только слабый рост τ_t наблюдался на поздних этапах циклирования: данное наблюдение позволяет заключить, что термодинамическое напряжение τ_T при циклировании не изменяется. Переходное уп-

рочнение удовлетворительно описывается параболической зависимостью:

на участке нагружения

$$\tau - \tau_t = \alpha_t [\gamma - \gamma_e(\tau)]^{1/2}, \quad (5)$$

на участке разгрузки

$$\tau_u - \tau = \alpha_u \{\gamma_{0p}^{(n)} - [\gamma - \gamma_e(\tau)]\}^{1/2}. \quad (6)$$

Здесь α_t и α_u — коэффициенты, зависящие от номера цикла; $\gamma_{0p}^{(n)} = \gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})$ — максимальная пластическая деформация в n -ом цикле. Интересующие нас области гистерезисных петель для некоторых циклов были перестроены в соответствующих координатах (см. рис. 6, где $\tau' = \tau - \tau_t$, $\gamma' = \gamma - \gamma_e(\tau)$, $\tau'' = \tau_u - \tau$, $\gamma'' = \gamma_{0p}^{(n)} - [\gamma - \gamma_e(\tau)]$). Отклонения от прямых на рис. 6,а соответствуют началу легкого двойникования (точка А на рис. 5,б). На рис. 7 показано изменение коэффициентов α_t и α_u при многократном циклировании. Видно, что коэффициенты α_t и α_u в одном цикле близки по величине и увеличиваются с номером цикла n по закону

$$\alpha_t \approx \alpha_u = \alpha = \beta n^{1/2}, \quad (7)$$

где $\beta = 0,92$ МПа.

Описанные выше закономерности влияния циклической деформации на параметры гистерезисной петли для сплава In-6 ат.% Pb имеют место для любого сплава In-Pb, обладающего свойствами сверхупругости, однако величина ко-

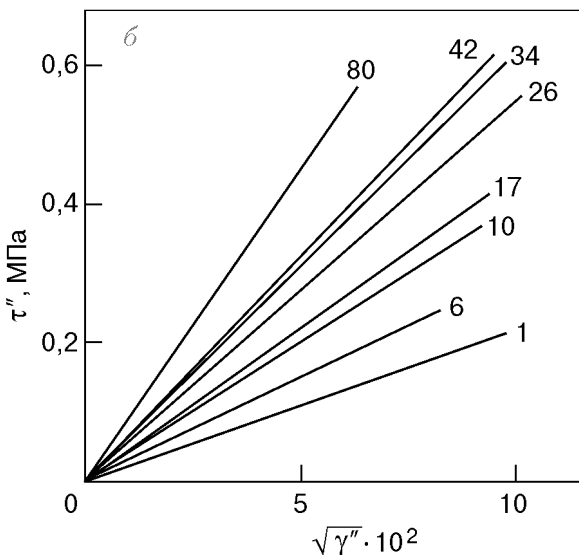
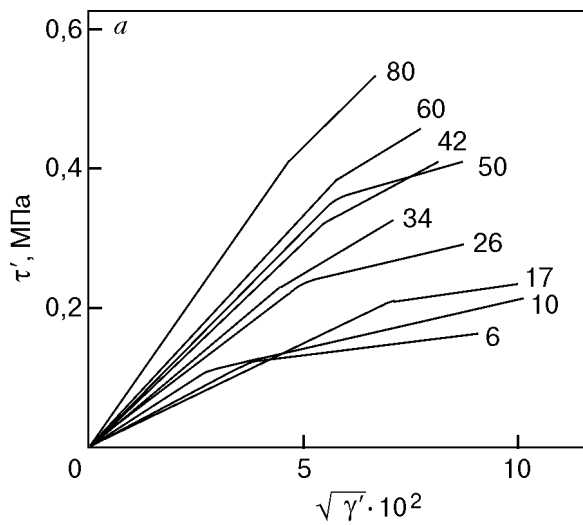


Рис. 6. Участки деформационных кривых для разных циклов нагружения — разгрузка, построенные в соответствии с (5) и (6), в координатах $\tau' - \sqrt{\gamma'}$ (а) и $\tau'' - \sqrt{\gamma''}$ (б).

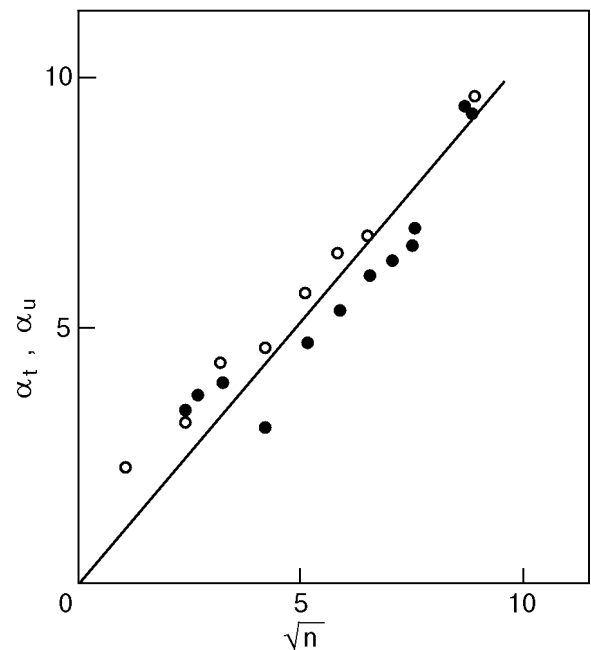


Рис. 7. Зависимость коэффициентов α_t (●) и α_u (○) в (5) и (6) от номера цикла [см. (7)].

эфициента β в эмпирической формуле (7) будет изменяться при изменении концентрации свинца вместе с параметрами τ_T и τ_f .

Обсудим теперь эти закономерности с точки зрения существующих представлений о микроскопической природе деформационного упрочнения кристаллических материалов. Под деформационным упрочнением принято понимать совокупность явлений, которые приводят к необходимости увеличения деформирующего напряжения τ для продолжения деформации с заданной скоростью $\dot{\gamma} = \text{const}$. Внешним признаком упрочнения является положительная величина производной $\theta(\tau) = d\tau(\gamma)/d\gamma > 0$ на диаграмме деформирования. На микроскопическом уровне к деформационному упрочнению приводят явления двух типов: 1) накопление в кристалле в процессе деформации дефектов, препятствующих скольжению или двойникованию; 2) существование в объеме кристалла спектра стартовых напряжений для зарождения и распространения скольжения или двойникования (полных или двойниующих дислокаций), что приводит к неоднородному распределению неупругой деформации в объеме кристалла и включению в процесс деформации новых областей по мере роста деформирующего напряжения.

Для описания явлений первого типа обычно используются модель Тейлора [19] (рост плотности отдельных дислокаций) или модель Мотта [20] (рост плотности дислокационных скоплений). Явления второго типа реализуются, например, на стадии микропластичности монокристаллов и упругоизотропных поликристаллов, а также в процессе макроскопической (до нескольких процентов) пластической деформации поликристаллических материалов при наличии существенной разориентации сильно анизотропных кристаллитов (параболическое упрочнение) [21].

Рассматривая деформационное упрочнение кристаллов с точки зрения изложенных выше представлений, следует отметить существование определенных различий между деформациями скольжения и двойникования. Прекращение скольжения в локальных областях кристалла может сопровождаться при повышении деформирующего напряжения не только распространением скольжения на другие области, но и его возобновлением в упрочненных областях. В случае двойникования переход процесса деформации в новые области является следствием кристаллографической специфики данного вида деформации, а именно однократности его протекания в каждой кристаллографической плоскости двойникования.

При описании деформационного упрочнения, связанного с явлениями второго типа, одной из основных проблем является моделирование или эмпирическое восстановление функции распределения для напряжения трения, препятствующего зарождению и распространению неупругой деформации в кристаллическом образце, например функции распределения источников дислокаций по напряжениям старта [22]. В рассматриваемом нами случае деформации двойникования важным является вопрос о возможности восстановления этой функции для многократно деформированного кристалла по форме гистерезисной петли. Исходным условием для этого является предположение о протекании двойникования в процессе нагружения путем образования и развития множества двойников в результате последовательной выборки областей образца, отвечающих условию зарождения.

Согласно экспериментальным наблюдениям, даже на дальних стадиях циклического деформирования двойникование начинается при фиксированном значении деформирующего напряжения $\tau \approx \tau_t$. Кроме того, отсутствие зависимости параметров диаграммы деформирования от скорости деформации $\dot{\gamma}$ свидетельствует о том, что сопротивление двойникованию имеет характер сухого трения. В этом случае закон деформирования в дифференциальной форме можно записать в виде соотношения

$$d[\gamma - \gamma_e(\tau)] = (\gamma_0 - \gamma_t)\delta(\tau - \tau_T \mp \tau_f)d\tau, \quad (8)$$

$$\gamma_0 - \gamma_t \leq s.$$

Здесь $\gamma_e(\tau)$ — упругая деформация, $\delta(\tau)$ — дельта-функция Дирака, $\gamma_t = \gamma_e(\tau_t)$, τ_f — исходное единое для всех областей образца абсолютное значение напряжения сухого трения, а изменение его направления при смене нагружения на разгрузку учтено знаком « \mp » (« $-$ » — нагружение, « $+$ » — разгрузка). Интегрирование (8) приводит к следующему закону деформирования образца:

$$\gamma(\tau) = \gamma_e(\tau) + (\gamma_0 - \gamma_t) \chi(\tau - \tau_T \mp \tau_f), \quad \gamma_0 - \gamma_t \leq s. \quad (9)$$

В этом выражении деформация двойникования описывается ступенчатой функцией Хевисайда: $\chi(\tau) = 0$ при $\tau < 0$, $\chi(\tau) = 1$ при $\tau > 0$.

Так как параметр τ_T при циклировании не изменяется, естественно считать, что возникающее при росте числа циклов n упрочнение обусловлено появлением деформационной добавки

$\tilde{\tau}_f$ к напряжению трения, которая неоднородна по объему образца: $\tau_f = \tau_{f0} + \tilde{\tau}_f$, где τ_{f0} — значение напряжения трения исходного (недеформированного) образца. В таком случае закон деформирования (9) будет реализовываться только в малых локально однородных областях образца. Для описания влияния дисперсной добавки $\tilde{\tau}_f$ на закон деформирования образца в целом в цикле с номером n следует ввести нормированную функцию распределения $f_n(\tilde{\tau}_f)$, определив величину $f_n(\tilde{\tau}_f)d\tilde{\tau}_f$ как относительную часть образца, в которой добавка к напряжению трения к началу n -го цикла принимает значения в интервале $(\tilde{\tau}_f, \tilde{\tau}_f + d\tilde{\tau}_f)$. Усредненный с функцией распределения $f_n(\tilde{\tau}_f)$ закон деформирования образца в n -м цикле примет вид

$$\gamma^{(n)}(\tau) = \gamma_e(\tau) + [\gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})] \int_0^\infty \chi(\tau - \tau_T \mp \tau_{0f} \mp \tau') \times f_n(\tau') d\tau', \quad [\gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})] \leq s. \quad (10)$$

Соотношение (10) формально допускает возможность любых по величине значений $\tilde{\tau}_f$ при выполнении условия нормировки:

$$\int_0^\infty f_n(\tau) d\tau = 1. \quad (11)$$

Для того чтобы обеспечить соответствие закона деформирования (10) эмпирическим формулам (5)–(7) и на качественном уровне корректно отразить основные особенности гистерезисных петель в процессе циклической деформации сверхупругих сплавов In-Pb (рис. 5), достаточно воспользоваться функцией распределения $f_n(\tilde{\tau}_f)$, которая описывается формулами

$$f_n(\tau) = \frac{2\tau}{\tau_n^2} \chi(\tau) \chi(\tau_n - \tau), \quad (12)$$

$$\tau_n = \tau_{0n} - \tau_t = \beta \sqrt{(n-1)[\gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})]}.$$

Легко убедиться, что эта функция удовлетворяет условию нормировки (11) и при $n = 1$ превращается в дельта-функцию: $f_1(\tau) = \delta(\tau)$.

Сразу отметим, что функция (12) не учитывает наличия на гистерезисных петлях при малых значениях n участков легкого двойникования АС

(рис. 5). Однако эта функция корректно описывает гистерезис $\gamma^{(1)}(\tau) = \gamma(\tau)$ в первом цикле $n = 1$, так как $\tau_{01} = \tau_t$ и $f_1(\tau) = \delta(\tau)$, следовательно, подстановка этой функции в (10) приводит к закону деформирования однородного образца (9). Важно также, что функция распределения (12) корректно описывает и асимптотический вид гистерезисных петель при достаточно больших значениях n , когда участки легкого двойникования исчезают. Действительно, подстановка (12) в (10) приводит к уравнениям:

в процессе нагружения

$$\gamma^{(n)}(\tau) = \gamma_e(\tau) + \frac{\chi(\tau - \tau_t)}{(n-1)\beta^2} (\tau - \tau_t)^2; \quad (13)$$

в процессе разгрузки

$$\gamma^{(n)}(\tau) = \gamma_e(\tau) + [\gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})] - \frac{\chi(\tau_u - \tau)}{(n-1)\beta^2} (\tau_u - \tau)^2. \quad (14)$$

Напомним, что параметры этих уравнений τ_t и τ_u определяются исходной структурой образца:

$$\tau_t = \tau_T + \tau_{f0}, \quad \tau_u = \tau_T - \tau_{f0}.$$

Последние слагаемые в правых частях уравнений (13) и (14) описывают процесс двойникования и раздвойникования и соответствуют эмпирическим уравнениям (5) и (6), а зависимость коэффициента α от номера цикла n принимает вид (7). Следует еще раз напомнить, что полученные формулы, конечно же, не описывают стадию легкого двойникования, наблюдающуюся в каждом цикле деформации, и относятся только к стадии плавного упрочнения после начала двойникования и раздвойникования.

Важно отметить, что уравнение разгрузки (14) описывает также появление остаточной деформации при достаточно больших значениях номера цикла $n > n_c$, а также позволяет найти связь с параметрами сплава величины остаточной деформации $\gamma^{(n)}(0)$ после n -го цикла и критического номера цикла n_c ее появления:

$$\gamma^{(n)}(0) = [\gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})] - \frac{(\tau_T - \tau_{f0})^2}{(n-1)\beta^2}, \quad n > n_c; \quad (15)$$

$$n_c = \frac{(\tau_T - \tau_{f0})^2}{[\gamma_0 - \gamma_e(\tau_{0n})]\beta^2} + 1. \quad (16)$$

Эти формулы отражают все основные закономерности появления и развития остаточной деформации при циклировании сверхупругого сплава, в частности, описывают полное подавление эффекта сверхупругости при больших значениях n ($n \rightarrow \infty$) и при нарастании однородного трения ($\tau_{f0} \rightarrow \tau_T$).

4. Выводы

1. В интервале температур 1,7–180 К исследована обратимая пластическая деформация двойникованием в монокристаллах сплавов In–Pb с различными концентрациями свинца: 3,5; 6; 8; 11,6 ат.% Pb.

2. Изучена и проанализирована форма гистерезисных петель, соответствующих циклу нагружение – разгрузка и определены параметры, описывающие механический гистерезис: напряжение начала двойникования τ_t и раздвойникования τ_u , термодинамическое напряжение τ_T и напряжение трения τ_f . Обратимая деформация определяется атермическими процессами: механические характеристики τ_T и τ_f в области сверхупругости не зависят от температуры и скорости деформации.

3. Показано, что термодинамическое напряжение, ответственное за обратимость пластической деформации, линейно увеличивается с ростом концентрации свинца.

4. Напряжение трения, препятствующее движению двойниковых границ, обусловлено главным образом дислокационной, а не примесной структурой кристалла. Увеличение содержания свинца в сплаве косвенно приводит к понижению напряжения трения вследствие повышения предела текучести путем скольжения и, соответственно, уменьшения плотности ростовых дислокаций.

5. Показано, что переход от обратимого к необратимому двойникованию при понижении содержания свинца обусловлен тем, что термодинамическое напряжение и напряжение трения становятся равными по величине.

6. Полученные результаты по механическому гистерезису в сверхупругих сплавах In–Pb сопоставлены с литературными данными по гистерезису при упругом двойниковании и мартенситных превращениях. На этой основе проанализированы механизмы сверхупругой деформации в этих сплавах.

7. Предложено аналитическое описание деформационного упрочнения при циклической деформации сверхупругих сплавов In–Pb.

Авторы выражают благодарность В. С. Бойко за многочисленные полезные дискуссии по затронутым в работе вопросам, И. С. Брауде за

предоставленную возможность ознакомиться с предварительными рентгеноструктурными исследованиями упорядочения в сплавах In–Pb.

1. S. V. Lubenets, V. I. Startsev, and L. S. Fomenko, *Kristall und Technik* **15**, K78 (1980).
2. С. В. Лубенец, В. И. Старцев, Л. С. Фоменко, *ФММ* **52**, 870 (1981).
3. J. W. Cahn, *Acta Metall.* **25**, 1021 (1977).
4. G. F. Bolling and R. H. Richman, *Acta Metall.* **13**, 709 (1965).
5. С. В. Лубенец, Л. С. Фоменко, В. И. Старцев, *ФММ* **64**, 975 (1987).
6. В. Wack and A. Tourabi, *Arch. Mech.* **44**, 621 (1992).
7. S. V. Lubenets, V. I. Startsev, and L. S. Fomenko, *Phys. Status Solidi* **A92**, 11 (1985).
8. С. В. Лубенец, В. И. Старцев, Л. С. Фоменко, *ФММ* **39**, 410 (1975).
9. В. С. Бойко, Р. И. Гарбер, А. М. Косевич, *Обратимая пластичность кристаллов*, Наука, Москва (1991).
10. В. С. Бойко, Р. И. Гарбер, В. Ф. Кившик, *ФТТ* **12**, 3198 (1970).
11. А. М. Косевич, В. С. Бойко, *УФН* **104**, 201 (1971).
12. L. S. Fomenko, S. V. Lubenets, and V. I. Startsev, *Scripta Met.* **18**, 535 (1984).
13. T. A. Schroeder and C. M. Wayman, *Acta Metall.* **27**, 405 (1979).
14. М. А. Кривоглаз, А. А. Смирнов, *Теория упорядочивающихся сплавов*, Физматгиз, Москва (1958).
15. В. И. Иверонова, А. А. Кацнельсон, *Ближний порядок в твердых растворах*, Наука, Москва (1977).
16. А. Зеегер, в кн.: *Дислокации и механические свойства кристаллов*, М. В. Классен-Неклюдов и В. Л. Инденбом (ред.), Иностранная литература, Москва (1960), с. 179.
17. В. С. Бойко, *ФТТ* **22**, 1066 (1980).
18. W. Pfeiler, *Acta Metall.* **36**, 2417 (1988).
19. G. F. Taylor, *Proc. R. Soc.* **A145** (1934).
20. N. F. S. Mott, *Philos. Mag.* **43**, (1952).
21. Ж. Фридель, *Дислокации*, Мир, Москва (1967).
22. В. З. Бенгус, Т. П. Коваленко, В. А. Куклев, *ДАН СССР* **247**, 1372 (1979).

Low-temperature mechanical hysteresis in superelastic In–Pb alloys

L. S. Fomenko, V. D. Natsik, and S. V. Lubenets

The mechanical hysteresis in the In–Pb alloys with a Pb content equal to 6, 8 and 11.6 at.% is studied in a temperature range of 1.7 to 180 K. The hysteresis parameters, namely, thermodynamic stress τ_T responsible for the reversibility of plastic deformation (superelasticity) and friction stress τ_f which characterizes the resistance offered by the crystal lattice and its defects to twin boundaries motion, are estimated. It is shown that the mechanical hysteresis parameters are determined by athermal processes: the portion of a sample transformed into twin orientation (matrix orientation under reloading) depends only on the value of the stress applied. The stress τ_T increases and the stress τ_f decreases with an increase of the Pb content. One of the main conditions of the exhibition of superelasticity is the fulfilment of the

inequality $\tau_T > \tau_f$. The hardening of the superelastic alloys under cyclic loading (up to 300 cycles) is investigated. In the alloys with 8 at.% Pb the load cycling causes a little extension of the hysteresis loop. For the In–6 at.% Pb alloy a strong distortion

of the hysteresis loop and the appearance of a portion of transition hardening with a large strain hardening coefficient is typical. An analytic description of the diagrams of cyclic deformation of the superelastic alloys is proposed.