

## ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА ЭВТЕКТИЧЕСКОГО СПЛАВА Sn — 38 вес. % Pb

© 2008 г. Л. Н. Паль-Валь<sup>1</sup>, П. П. Паль-Валь<sup>1</sup>, В. Ф. Коршак<sup>2</sup>, П. В. Матейченко<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина, Харьков, Украина,

<sup>2</sup> Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина, Харьков, Украина,

<sup>3</sup> НТК «Институт монокристаллов», Харьков, Украина

Поступила в редакцию: 5.11.07

Проведены исследования изменений динамического модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$ , обусловленных обжатием и естественным старением эвтектического сплава Sn — 38 вес.% Pb, проявляющего сверхпластические свойства уже при комнатной температуре. Обнаруженные особенности упругого и неупругого поведения сплава связываются с его фазовой неравновесностью, возникающей в условиях кристаллизации и в результате действия внешних механических напряжений.

### ВВЕДЕНИЕ

Литые эвтектические сплавы становятся сверхпластичными (СП) в результате интенсивной деформации при высоких температурах. Принято считать, что влияние предварительной деформации заключается в измельчении зерен. В то же время другие аспекты этого влияния остаются практически неизученными. Важными для понимания природы структурного состояния и механизмов деформации, которые реализуются в условиях сверхпластичности, являются данные об упругом и неупругом поведении СП материалов, в том числе, касающиеся влияния на эти свойства предварительной пластической деформации. Такие данные в литературе практически отсутствуют. В настоящей работе изучено влияние обжатия и последующего старения образцов на акустические свойства эвтектического сплава Sn — 38 вес.% Pb в интервале температур 51—300 К. Параллельно с этим, с помощью рентгеновского микроанализа осуществлялся контроль фазового состава образцов.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

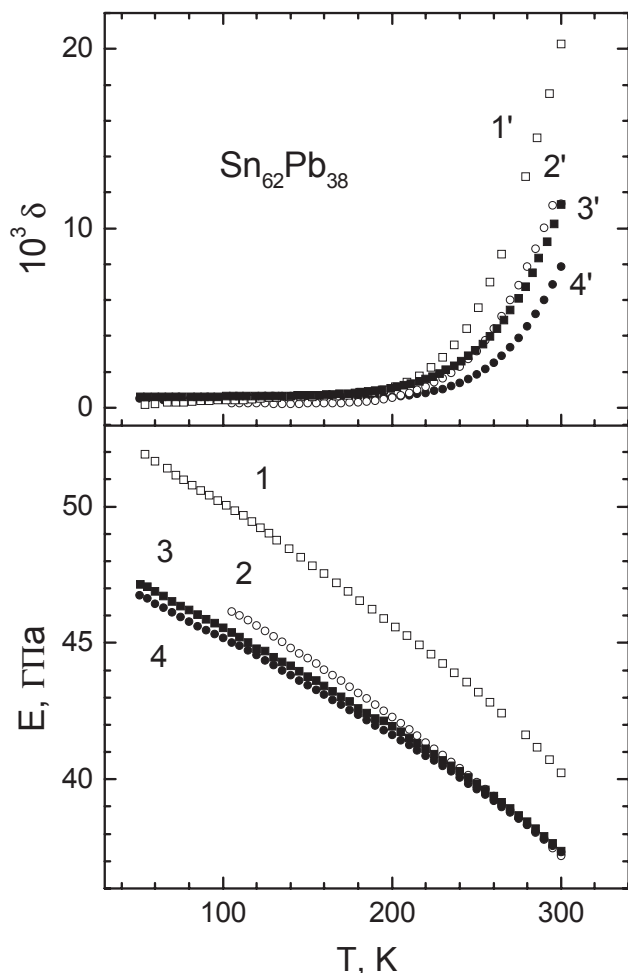
Изученный сплав Sn — 38 вес.% Pb был получен сплавлением чистых компонентов с последующим литьем на массивную медную подложку. После шлифования нижнего и верхнего слоев толщиной около 0,2 мм слитки были обжаты на гидравлическом прессе на 70%. Структурное и фазовое состояние исходных и обжатых образцов определялось на электронном микроскопе JSM-820 с системой рентгеновского микроанализа LINK

AN10/85S. О фазовом состоянии исследуемых образцов судили по данным об относительном количестве фаз, обнаруживаемых на нижней и верхней поверхностях получаемых слитков, т.е., поверхностях, граничащих с подложкой и атмосферой. Объемное соотношение фаз оценивали на основании данных о площади, занимаемой каждой из фаз на анализируемых поверхностях. Оценка площадей фаз производилась с использованием теории распознавания образов. Классификация снимков производилась программно с помощью решающего правила минимального расстояния.

Низкотемпературные акустические измерения были выполнены на литых и обжатых образцах методом двойного составного вибратора [1]. В интервале температур 51—300 К на частоте продольных колебаний  $\sim 75$  кГц измерялись температурные зависимости декремента  $\delta(T)$  и динамического модуля Юнга  $E(T)$ . Измерения производились в амплитудно-независимой области при амплитуде ультразвуковой деформации  $\epsilon_0 \sim 10^{-7}$ . С целью изучения эволюции структуры образцов, измерения проводились как сразу после приготовления образцов, так и после выдержки их при комнатной температуре в течение года.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

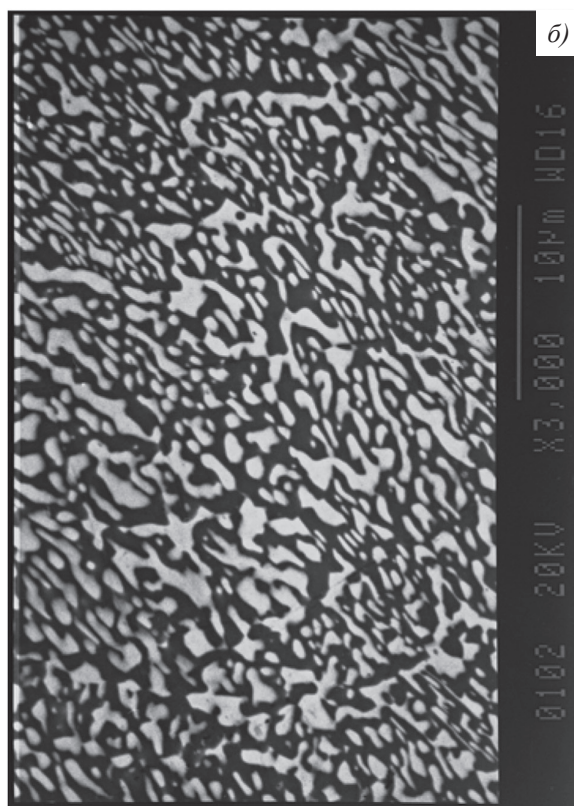
На рис. 1 приведены результаты акустических измерений. В свежеприготовленных обжатых образцах значения динамического модуля Юнга  $E$  на 5—10% превосходят значения  $E$  в литых образцах



**Рис. 1.** Температурные зависимости декремента  $\delta$  и динамического модуля Юнга  $E$  сплава Sn — 38% Pb в различных его состояниях (см. текст).

(кривые 1 и 2, соответственно). Старение неожиданно приводит к уменьшению модуля Юнга в обжатых образцах до значений  $E$  в литых образцах, в которых величина  $E$  при старении изменяется незначительно (кривые 3 и 4). Величина  $\delta$  в результате старения уменьшается как в литых, так и в обжатых образцах (кривые 1' → 3' и 2' → 4', соответственно).

Для установления механизмов, ответственных за изменение зависимостей  $\delta(T)$  и  $E(T)$  в результате обжатия образцов, была исследована микроструктура поверхностей исходного слитка и после его обжатия на  $\sim 70\%$ . На рис. 2 *а, б* показаны изображения поверхностей исходного образца, граничащих с подложкой и с атмосферой соответственно. Изображения получены на сканирующем электронном микроскопе JSM-820 в режиме отраженных электронов (композиционный контраст: темные области — фаза на основе Sn, светлые —



**Рис. 2.** РЭМ изображение (в отраженных электронах) поверхностей литого слитка сплава Sn — 38%Pb, граничащих с подложкой (*а*) и с атмосферой (*б*).

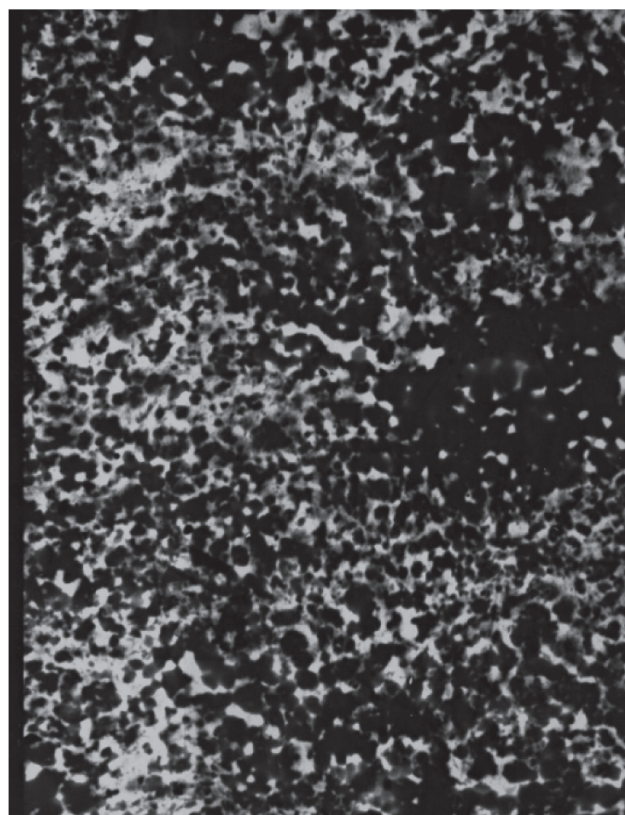
фаза на основе Pb). Как показывает анализ, объемное соотношение фаз на основе олова и на основе свинца в приповерхностных слоях литого слитка, граничащих с подложкой,  $\sim 1,46 : 1$ . В верхних, граничащих с атмосферой слоях это соотношение составляет  $\sim 1,08 : 1$ . Ранее было показано [2], что в данном сплаве при комнатной температуре равновесным является объемное соотношение фаз, равное  $\sim 2,5 : 1$  (в соответствии с [2] растворимость Sn в Pb-фазе при  $T \sim 293$  К составляет около 1,9 вес. %; растворимость Pb в Sn-фазе — около 0,4 вес. %; рентгеновские плотности фазовых составляющих сплава, согласно выполненным расчетам, равны  $7,286 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup> и  $11,219 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>, соответственно, для фаз на основе Sn и Pb). Следовательно, вышеприведенные данные позволяют сделать заключение о том, что фазовое состояние исходного литого сплава не является равновесным. Об этом свидетельствуют как несоответствующее диаграмме состояния, так и изменяющееся по толщине слитка объемное соотношение фаз, которое формируется в процессе кристаллизации сплава.

С другой стороны, известно, что литые эвтектические сплавы становятся сверхпластичными (СП) в результате интенсивной деформации при высоких температурах. Считается, что влияние предварительной деформации заключается в измельчении зерен. В то же время другие особенности такого влияния остаются практически неизученными. В частности, насколько известно, практически отсутствуют работы, в которых исследовалось бы влияние предварительной деформации на фазовое состояние сплавов, обнаруживающих эффект сверхпластичности. Исходя из этого, были проведены электронно-микроскопические исследования плоскостей слитка после его обжатия на  $\sim 70$  %. Направление действия внешних сжимающих напряжений совпадало с нормалью к нижней плоскости слитка.

Растровые изображения исследуемых поверхностей после обжатия слитка показаны на рис. 3. Уже качественное сравнение структур, представленных на рис. 2 и 3, позволяет обнаружить их существенное различие. С одной стороны, обжатие приводит к дроблению структуры сплава. Однако, кроме этого, видно, что в результате обжатия происходит изменение соотношения фаз на поверхностях слитка. Количественный анализ показывает, что объемное соотношение “оловянной” и “свинцовой” фаз и в нижней, и в верхней части слитка после обжатия составляет  $\sim 1,35 : 1$ . Таким образом, обжатие сопровождается перераспределением

компонентов в направлении действия внешних сжимающих напряжений и гомогенизацией соотношения фаз по объему образца. При этом парциальный вклад “оловянной” фазы со стороны подложки уменьшается, с противоположной стороны — увеличивается, но, в среднем, остается меньшим, чем равновесный. Эти наблюдения согласуются с результатами исследований, выполненных ранее [4]. В работе [4] обнаружено изменение относительной интенсивности рентгеновских линий фаз на основе олова и на основе свинца в исследуемом сплаве после обжатия, свидетельствующее об увеличении относительной доли “оловянной” фазы на поверхности образца в результате обжатия.

Возникает естественный вопрос о механизмах и путях транспорта вещества, приводящих к наблюдаемым изменениям структуры сплава после механического обжатия. С одной стороны, речь может идти о выдавливании материала через поры и трещины, которые обнаруживаются в структуре образцов и в литом, и в обжатом состояниях. С другой стороны, согласно [4] в процессе механического нагружения чистых металлов и сплавов



**Рис. 3.** РЭМ изображение (в отраженных электронах) поверхности литого слитка сплава Sn — 38 % Pb после обжатия на 70 % (увеличение то же, что и на рис. 2).

оказывается возможным образование треков гидродинамического течения кристаллического вещества при торможении дислокационного скольжения. В частности, в [4] при исследовании поверхностного рельефа деформированного сжатием железа на поверхности наблюдения обнаружена экструзия дисперсных частиц, обогащенных кремнием. Авторы связывают это именно с гидродинамическим течением материала в процессе деформации. Можно предполагать, что в исследуемом сплаве в условиях обжата также реализуются подобные механизмы пластического перераспределения структурных составляющих сплава. Однако эти вопросы требуют отдельного исследования.

В условиях старения (как, впрочем, и в условиях сверхпластического деформирования) в сплаве протекают процессы, обеспечивающие переход системы в равновесное состояние. Наблюдаемые в работе особенности упругого и неупругого поведения исследуемых образцов сплава и указывают на реализацию таких процессов. Уменьшение декремента колебаний в результате годичной выдержки при комнатной температуре исходных и обжатых образцов указывает, скорее всего, на уменьшение дислокационного вклада в измеряемую величину поглощения ультразвука. Это может быть обусловлено уменьшением средней длины дислокационных сегментов за счет образования вокруг них примесных атмосфер, а также частичного уменьшения плотности (аннигиляции) дислокаций при переходе образцов в равновесное состояние.

Поведение температурных зависимостей динамического модуля Юнга, на первый взгляд, выглядит необычным. Увеличение  $E$  в обжатых образцах может быть обусловлено процессами,

которые инициируются значительными напряжениями при обжате. Судя по рис. 2 и 3, одним из таких процессов может являться увеличение степени фрагментированности фазового состава образцов, что должно привести к увеличению эффективного модуля Юнга. При установлении в образцах равновесного состояния, действие этого механизма может быть ослаблено, если занимаемые различными фазами области вновь вернуться к своим прежним характерным размерам. Этим можно было бы объяснить снижение  $E$  до исходных значений в результате длительной выдержки при комнатной температуре.

### ВЫВОДЫ

Обнаруженные особенности поведения акустических свойств сплава Sn — 38 вес.% Pb связываются с неравновесностью его фазового состава, возникающей как в процессе кристаллизации, так и в процессе предварительного обжата слитков. Неравновесность фазового состава обуславливает возможность протекания фазово-кинетических превращений в сплаве в условиях последующего старения.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нацик В.Д., Паль-Валь П.П., Смирнов С.Н. // Акуст. Ж., 1998. Т.44. № 5. С.640. (Acoustical Physics, 553—560.)
2. Коршак В.Ф., Аржавітін В.М., Розумний О.С. // Вісник ХДУ. 1999. Серія “Фізика”. № 440. Вип. 3. С. 76.
3. Хансен М., Андерко К. Структуры двойных сплавов. Т. 2. М.: Металлургиздат, 1962. 880 с.
4. Коршак В.Ф., Самсоник А.Л. // Вісник ХНУ. 2003. Серія “Фізика”. № 600. Вип. 7. С. 98.
5. Засимчук Е.Э., Гордиенко Ю.Г., Засимчук В.И. // Металлофиз. новейшие технол., 2002. Т. 24. № 9. С. 1161.