



УДК 539.4.015.1; 548.24

ОСОБЕННОСТИ СОСТОЯНИЯ СТРУКТУРЫ И ЭЛЕКТРО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СУБКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО НИКЕЛЯ В РЕЗУЛЬТАТЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ НАГРУЗКОЙ В МАКРОУПРУГОЙ ОБЛАСТИ

Н.В. Камышанченко, О.А. Печерина, А.В. Гальцев, М.И. Дурыхин

Белгородский государственный университет,
ул. Победы, 85, Белгород, 308015, Россия, e-mail: kamysh@bsu.edu.ru

Аннотация. Рассмотрены структурные изменения технически чистого никеля в отожженном и закаленном состояниях, подверженных релаксационному нагружению, не превышающему предела текучести при температуре испытания.

Изучение изменений механических характеристик (H_v , $\sigma_{0,2}$) и электрических параметров в результате протекания релаксационных процессов позволяет предположить, что при наличии внешнего напряжения, не превышающего предела текучести при температуре испытания, происходит в основном изгиб дислокационных линий без заметного их размножения. При этом температурный фактор не оказывает заметного влияния на процесс размножения дислокаций, и активационный процесс стимулируется в основном величиной упругих напряжений.

Ключевые слова: никель, отжиг, закалка, нагрузка, релаксация, дислокации, размножение.

1. Введение. Известно, что прочностные и пластические характеристики кристаллов определяются не только общей плотностью дислокаций, но и количеством подвижных дислокаций. Истощение подвижных дислокаций в кристаллах достигается как аннигиляцией, выходом на поверхность, так и закреплением их точечными дефектами и составленными из них комплексами. Существенное снижение плотности подвижных дислокаций достигается в процессе отжига при повышенных температурах, при которых не происходит упрочнения структуры в металлах и сплавах вследствие активных диффузионных процессов.

Механические испытания широко используются для исследования эффекта деформационного упрочнения. Среди традиционных методов механических испытаний выделяют релаксационные эксперименты как способы исследования механизмов пластической деформации, являющиеся, по-видимому, наиболее экономными.

В настоящей работе представлены результаты исследования релаксационных, механических и электрических характеристик на примере крупнозернистого технически чистого никеля, подвергнутого отжигу в напряженном состоянии при нагрузках, не превышающих предела текучести при температуре исследования.

2. Материал и методика исследований. В качестве материала исследования был выбран технически чистый никель марки Н0. На электроэрозионном станке «Sodick AQ300L» вырезались никелевые образцы в виде лопаток с шириной рабочей части 2 мм и длиной 12 мм, приспособленных для определения механических характеристик



на универсальной испытательной машине «Instron 5882» в процессе статического растяжения со скоростью нагружения 1,5 мм/мин. Для снятия дефектного поверхностного слоя образцы подвергались механической шлифовке и полировке.

Для выделения границ зерен никелевые образцы обрабатывались химическим травлением в концентрированной кислоте HNO_3 . С помощью микроскопа «OLYMPUS G71» исследовалась морфология поверхности образцов и методом «случайных секущих» определялись средние размеры зерен.

Заготовки из никеля отжигались при 800°C в течении 1 часа в вакуумной печи «СН-ВЭ 131/14» с остаточным давлением не ниже 10^{-5} Па. Изготовленные таким образом образцы являлись исходным материалом в исследованиях при комнатной температуре и они составили первую партию. Состаренные под нагрузкой в упругой области при 20°C образцы составили вторую партию. Третья партия состояла из образцов, подвергнутых закалке от 1200°C в воде и состаренных при 20°C , а четвертая партия – из закаленных в воде образцов от 1200°C с последующим нагружением в макроупругой области при температуре 20°C .

Образцы нагружались до $\sigma_{\text{нагр.}} = (0,3 \div 0,9)\sigma_{0,2}$ и выдерживались при этих нагрузках до начала установившейся стадии релаксации.

После снятия нагрузки они подвергались процессу старения при 20°C в течение 10 часов в вакууме и разрывались при температуре 20°C . Изменение значения $\sigma_{0,2}$ образцов определялось по разнице величин предела текучести обработанных и исходных образцов – $\Delta\sigma = \sigma_{\text{обр.}} - \sigma_{\text{исх.}}$.

Измерение микротвердости осуществлялось микротвердомером «DM-8B» с использованием пирамидки Виккерса с нагрузкой на индентор 50 грамм в центральной части образца.

Определение удельного электрического сопротивления проводилось четырехзондовым методом в процессе изохронного отжига в диапазоне температур $20^\circ\text{C} - 600^\circ\text{C}$. Для этого образец устанавливался на измерительный столик, а измерительная зондовая головка прижималась пружинным механизмом к плоской полированной поверхности образца. Измерения проводились при токе 10 мА. Данные о падении напряжения на измерительных зондах поступали на цифровой нановольтметр «Agilent 34420A», с которого эти данные передавались на компьютер.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение. Состояние зеренной структуры образцов, как следует из полученных результатов, зависит от температурного режима обработки (см. рис. 1).

Нахождение образцов второй партии в упруго-напряженном состоянии при комнатной температуре несколько изменяет зеренную форму по сравнению с образцами первой партии, но заметного влияния на размеры зерен не оказывает.

Закалка и дополнительный отжиг под нагрузкой способствуют не только изменению размеров зерна, но и делает поверхностную зеренную структуру более однородной.

Сравнительный анализ разориентировок зерен третьей и четвертой партий позволяет утверждать, что при нагружении в макроупругой области при комнатной температуре наблюдаются незначительные разориентировки на малоугловых границах, но не обнаружено заметных количественных изменений большеугловых границ в зеренном



ансамбле.

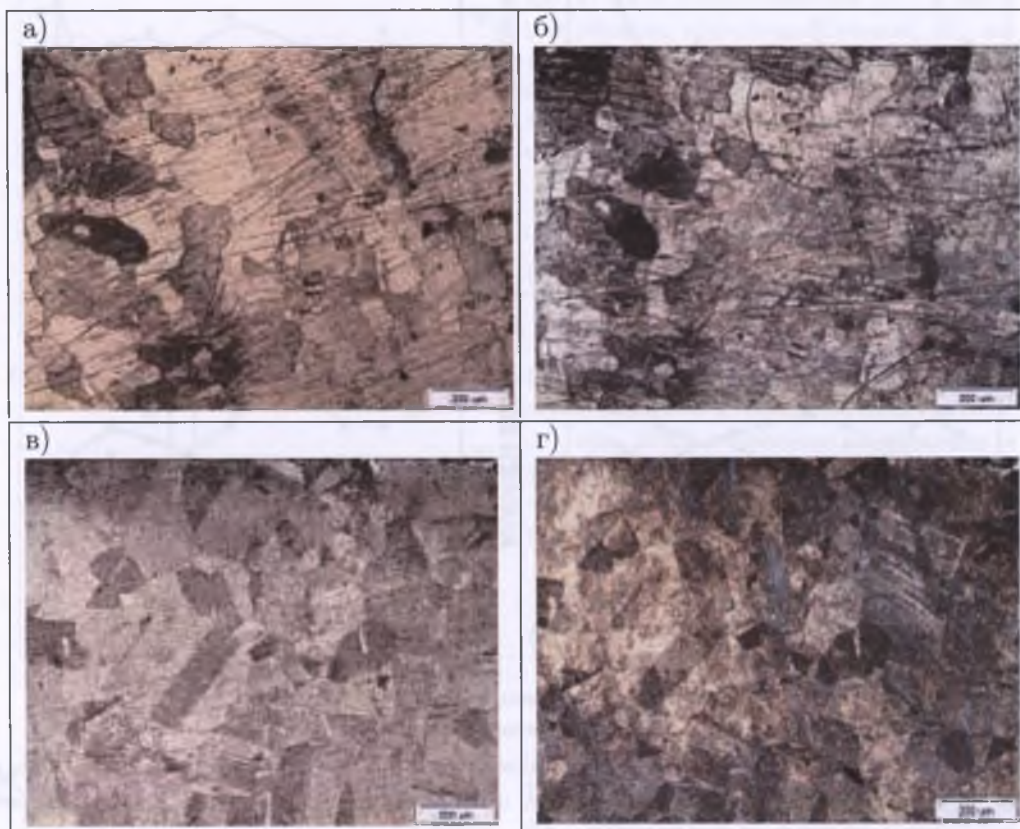


Рис. 1. Микроструктура никеля после отжига (исходное состояние) – а), исходный образец после старения под нагрузкой $\sigma_H = 0,5\sigma_{0,2}$ при комнатной температуре – б), после закалки от 1200°C – в), после закалки от 1200°C и старения под нагрузкой $\sigma_H = 0,5\sigma_{0,2}$ при температуре 20°C – г).

Распределение микротвердости в рабочей части образца, представленное на рис. 2, неоднородно, и оно зависит от места определения микротвердости (в центре зерна, в приграничной зоне, на границе двух зерен), исходного состояния и после режимов обработки.

Повышение микротвердости в приграничной зоне, и особенно на границе двух зерен свидетельствует о скоплении дефектов на границах зерен. Такое дефектное состояние характерно больше для закаленного образца в сравнении с отожженными (исходными) образцами.

Протекание микропластической деформации в реальных кристаллических телах при их нагружении в макроупругой области общеизвестно [1,2]. Не вызывает сомнений дислокационная природа этого явления.

Структура реальных кристаллических тел всегда макро- и микронеоднородна. Микронеоднородность характерна для поликристаллов и проявляется в несовершенстве кристаллической структуры.

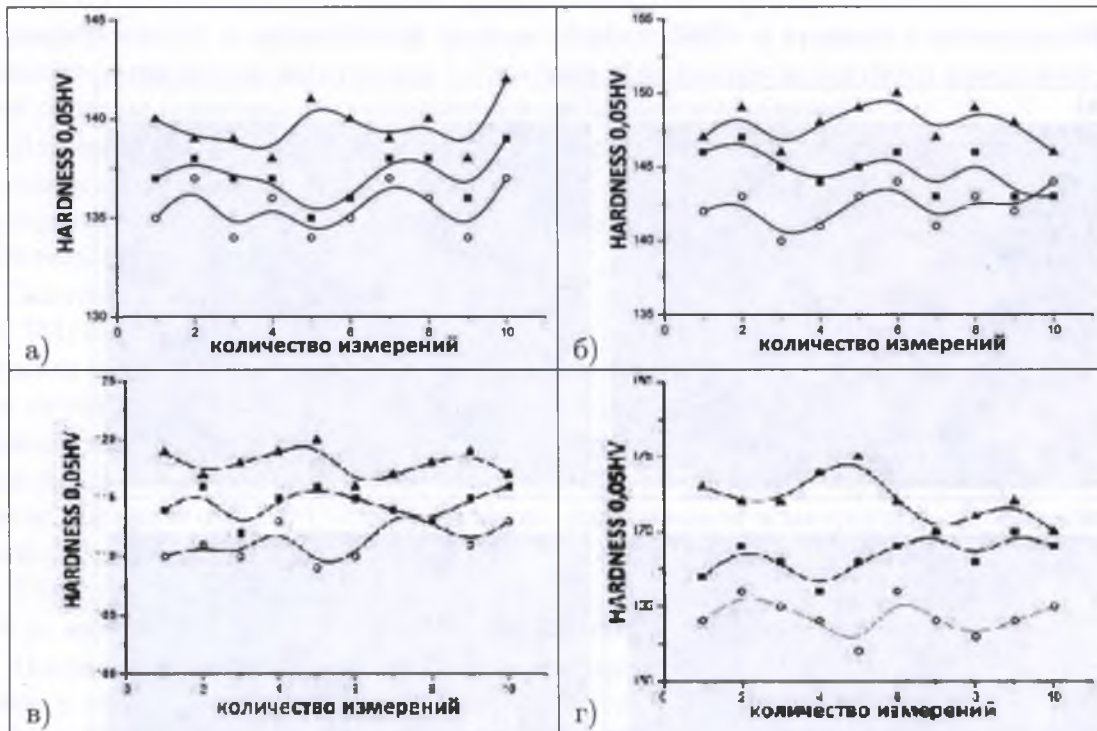


Рис. 2. Микротвердость вдоль центральной рабочей части образца:
 а) исходный образец, б) исходный образец после нагружения $\sigma_H = 0,5\sigma_{0,2}$ при 20°C ,
 в) закаленный образец от 1200°C , г) закаленный образец от 1200°C после нагружения $\sigma_H = 0,5\sigma_{0,2}$ при 20°C , соответственно снизу вверх, в центре зерна, в приграничной зоне, на границе двух зерен.

Характерной особенностью для всех исследуемых партий образцов, прошедших релаксационные испытания, является изменение предела текучести $\sigma_{0,2}$: с увеличением предварительного нагружения в упругой области приводит к постепенному увеличению величины разупрочнения при нагрузках $\sigma_{\text{нагр.}} = (0,3 - 0,5)\sigma_{0,2}$ при повышении $\sigma_{\text{нагр.}}$ до $0,5\sigma_{0,2}$ и выше разупрочнение уменьшается и при достижении $\sigma_{\text{нагр.}} = (0,8 - 0,9)\sigma_{0,2}$ развивается процесс деформационного упрочнения никеля (рис. 3). Можно предположить, что наблюдаемое явление связано как с процессом истощения дислокаций, так и с процессом перераспределения дефектов в объеме образца, а также с процессом микропластической деформации.

Дополнительные исследования поведения электрического сопротивления в процессе нагружения при комнатной температуре позволили наблюдать сложную закономерность его изменения при увеличении нагрузки в упругой области. Так, с увеличением нагрузки в диапазоне $\sigma_{\text{нагр.}} = (0,3 - 0,5)\sigma_{0,2}$ наблюдается уменьшение величины электрического сопротивления, величина спада которого достигает максимального значения при нагрузке $\sim 0,5\sigma_{0,2}$. При дальнейшем увеличении нагрузки происходит уменьшение спада, а при достижении величины предела текучести и происходит увеличение электрического сопротивления (рис. 4).

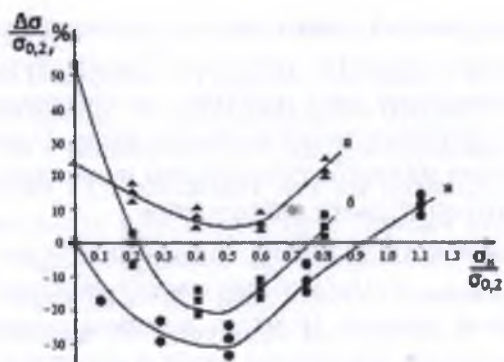


Рис. 3. Изменение предела текучести никеля: (а) после нагружения при 20°C в упругой области исходных образцов; (б) исходных образцов нагруженных в упругой области при -178°C и (в) закаленных от 1200°C с последующим отжигом под нагрузкой при 20°C.

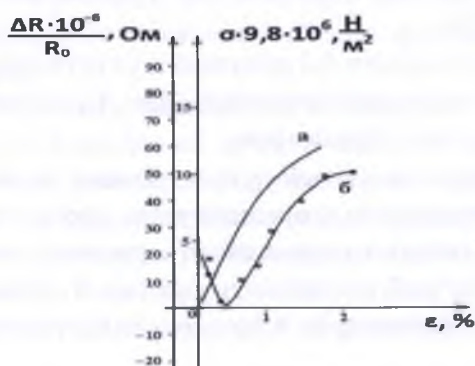


Рис. 4. Изменение электрического сопротивления исходного образца никеля: (б) при 20°C в процессе нагружения в упруго-пластической области; (а) начальный участок кривой деформации в упруго-пластической области.

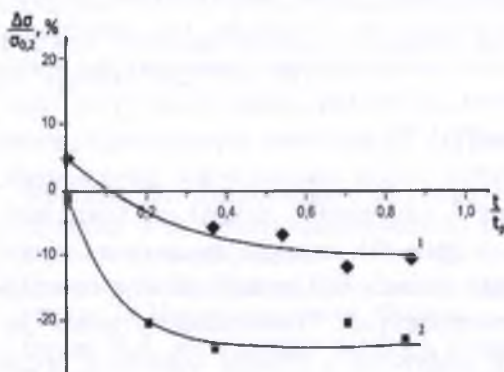


Рис. 5. Изменение предела текучести никеля в зависимости от времени нахождения в упруго-напряженном состоянии: (1) релаксация при -178°C и (2) – при 20°C, t – время выхода на установившуюся стадию релаксации.

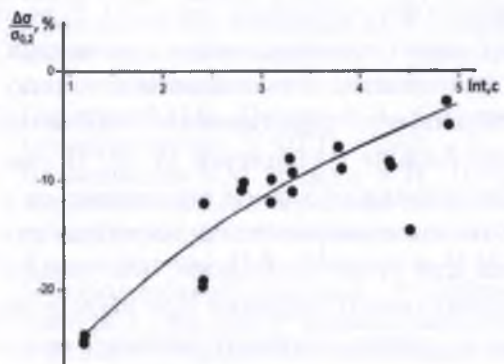


Рис. 6. Зависимость восстановления исходного значения $\sigma_{0,2}$ от времени старения при 20°C после снятия приложенного напряжения.



Величина электрического сопротивления определяется, как известно, рассеянием электронов проводимости на фононах и структурных дефектах решетки. Температурная зависимость величины электрического сопротивления дает наиболее достоверные свидетельства о развитии процессов структурных преобразований в объеме зерна. Следовательно, поведение электрического сопротивления является результатом изменения распределения структурных дефектов в макроупругой области нагружения.

Дополнительные измерения изменения относительного удлинения δ образцов от величины нагружения в упругой области вплоть до $\sigma_{\text{нагр.}} = 0,9\sigma_{0,2}$ после снятия внешней нагрузки и старения при комнатной температуре в течение 10 часов не превышают 0,06%, что находится в пределах погрешности измерения. Расчетные данные упругонапряженного состояния и протекающих при этом релаксационных процессов утверждают о незначительном изменении геометрии образцов [3].

Сравнивая ход изменения предела текучести в процессе нагружения в упруго-пластической области (рис. 3) с поведением электрического сопротивления (рис. 4), можно установить корреляцию в качественном поведении этих параметров.

При достижении напряженного воздействия упруго-пластической величины на образец значение электрического сопротивления возвращается к прежнему исходному состоянию. Такое поведение электрического сопротивления позволяет утверждать, что истощение дислокаций в процессе отжига под нагрузкой не является причиной, влияющей на изменение механических и электрических параметров в процессе нагружения в упругой области.

Поскольку устойчивость и равновесное распределение точек закрепления зависит от величины приложенного напряжения и температуры, то, очевидно, под действием приложенного напряжения сначала происходит перераспределение точек закрепления вдоль дислокационной линии, которое продолжается до тех пор, пока не наступит равновесие между потенциальной энергией и энтропией [4]. Вследствие перераспределения точек закрепления повышается их плотность вблизи узлов закрепления дислокаций, что требует повышения приложенного напряжения к изменению длины дислокационного сегмента. Как следует из полученных данных (рис. 3), перераспределение точек закрепления происходит в широком температурном диапазоне, но повышение степени разупрочнения наблюдается при повышенных температурах. Подвижность точек закрепления уменьшается с увеличением плотности дефектов в объеме образцов после закалки, что приводит к существенному уменьшению разупрочнения (рис. 3в). Кроме того, внешнее механическое воздействие вызывает изгиб дислокационных сегментов, вследствие чего величина потенциальной энергии дислокации с перемещением ее в новое местоположение уменьшается. При этом короткая петля, сопротивляясь, стремится сохранить свои исходные размеры, а длинная еще больше удлиниться [5, 6]. В связи с таким развитием и протеканием процессов дислокации способны перемещаться и размножаться при более низких напряжениях. Эти закономерности характерны для релаксационных процессов. Степень разупрочнения при этом тем больше, чем дольше образец находится под нагрузкой и достигает максимального значения при выходе на установившуюся стадию напряжения (рис. 5). После снятия внешнего механического нагружения и старения при комнатной температуре происходит восстановление исход-



ных параметров механических характеристик (рис. 6).

4. Выводы. Из вышеизложенного можно предположить, что при наличии внешнего напряжения, не превышающего предела текучести при температуре испытания, наблюдается в основном изгиб дислокационных линий без интенсивного размножения, а stopорения их происходит за счет потенциальных барьеров внутреннего поля кристалла. В реальных кристаллах практически всегда существует система мощных потенциальных барьеров, около которых может происходить остановка дислокаций. В качестве подобных барьеров могут быть скопления примесей [7], ступеньки на дислокациях [8], вакансии и вакансионные комплексы [9, 10] и др.

С увеличением механического напряжения процесс размножения дислокаций возможен при условии, что величина приложенного напряжения достаточна для того, чтобы свободные от точек закрепления дислокационные сегменты могли испускать дислокации [4].

Результаты эксперимента показали, что температурный фактор не оказывает заметного влияния на процесс размножения дислокаций, протекающие в объеме металлических кристаллов при внешних нагрузках не превышающих упруго-пластического значения $\sigma_{0,2}$, и активационный процесс стимулировался в основном величиной упругих напряжений. Закономерным является интерес к тем последствиям, которые могут возникать в процессе совместного воздействия температурного фактора и внешнего напряжения в макроупругой области нагружения.

Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования БелГУ и при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ рамках Государственного задания на выполнение НИР подведомственным вузам в 2012 г. Проект №2.2786.2011.

Литература

1. Фридель Ж. Дислокации / М.: Мир, 1967. – 636 с.
2. Дударев Е.Ф. Микропластическая деформация и формирование предела текучести в моно- и поликристаллах // Изв. Вузов, серия: Физика. – 1976. – №8. – С.1182-1193.
3. Гриднев Ю.В., Панин В.Е. Расчет напряженного состояния в упругонапряженном кристалле // Изв.вузов, серия: Физика. – 1978. – №12.
4. Бауэр Ч.Л. Актуальные вопросы теории дислокаций / М.: Мир, 1968. – С.98-100.
5. Bauer C.L. The free Energy of a Finned dislocation // Phil. Mag. – 1965. – 11. – P.827-840.
6. Кристал М.М., Выбойщик М.А. Диффузия примесных атомов по дислокациям и особенности временной зависимости дислокационного затухания в металлах // Труды Тульского политехнического института // Тула: Изд. ТПИ, 1969. – С.11-26.
7. Парийский В.Б., Ландау А.И., Старцев В.И. О скачкообразном движении дислокаций в монокристаллах // ФТТ. – 1963. – 5. – С.1377-1395.
8. Боржковская В.М., Ландау А.И., Парийский В.Б. Исследование линий скоплений в монокристаллах LiF с помощью построения графиков статистических распределений расстояния между ячейками травления // ФТТ. – 1965. – 7. – С.2136-2146.
9. Камышанченко Н.В., Неклюдов И.М. Упрочнение чистых металлов путем закалки и деформационного старения // Проблемы прочности. – 1975. – №5. – С.111-113.
10. Кимура Г., Маддин Р. Влияние закаленных вакансий на механические свойства металлов и сплавов // Дефекты в закаленных металлах. под. ред. А.А. Цветаева / М.: Атомиздат, 1969. – С.188-269.



**ELECTRIC AND MECHANICAL PROPERTIES
AND STRUCTURE PECULIARITIES OF SUBCHIP TECHNOLOGICALLY PURE
NICKEL AFTER THE EFFECT OF LOAD IN THE MACROELASTIC STATE**

N.V. Kamyshanchenko, O.A. Pecherina, A.V. Galtsev, M.I. Durihin

Belgorod State University,
Pobedy Dt., 85, Belgorod, 308015, Russia, e-mail: skucheev@yahoo.com

Abstract. Аннотация. Structure changes of technologically pure nickel in annealed and hardening states when they have been submitted to the relaxation load not exceeded the fluidity limit at the test temperature are under consideration.

Examination of changes of mechanical characteristics (Hv , $\sigma_{0,2}$) and electrical parameters which occur in connection with relaxation processes permits to suppose that there is the curve of dislocation lines without their noticeable multiplication when external stress not exceeding the fluidity limit under the test temperature acts.

At the same time the temperature conditions do not influence the dislocation multiplication and the activation process is stimulated mainly by the elastic tension magnitude.

Key words: nickel, annealing, tempering, load, relaxation, dislocation, multiplication.