

Міністерство освіти і науки України
Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна
Фізичний факультет
Кафедра фізики кристалів

До захисту допущено
кафедрою фізики кристалів протокол № 17 від 11.06.2026

завідувач кафедри _____ Владислав СЕМІНЬКО
(підпис) (ім'я, прізвище)

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА
здобувача першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
СТРУКТУРНО-ФАЗОВИЙ СТАН І МЕХАНІЗМИ ДЕФОРМАЦІЇ
ЕВТЕКТИЧНОГО СПЛАВУ Sn-38мас.%Pb В УМОВАХ
НАДПЛАСТИЧНОСТІ

Спеціальність 104 «Фізика та астрономія»

Освітня програма «Фізика»

Здобувач


(підпис)

Євген КУДІН
(ім'я, прізвище)

Науковий керівник


(підпис)

Віра КОРШАК
(ім'я, прізвище)

АНОТАЦІЯ

Кудін Е. С. Структурно-фазовий стан і механізми деформації евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах надпластичності.

Кваліфікаційна робота на здобуття освітнього рівня «Бакалавр» за спеціальністю 104 «Фізика та астрономія». – Харків: Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна, 2026. – 58 с. – Іл. 25.

У дипломній роботі вивчено особливості надпластичної деформації евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах повзучості при кімнатній температурі. У попередніх дослідженнях було встановлено, що сплав Sn-38мас.%Pb характеризується метастабільним фазовим станом і може зазнавати фазових змін під впливом механічної деформації. У зв'язку з цим у роботі було досліджено еволюцію структури та фазового стану сплаву в процесі надпластичної течії за умов сталого зовнішнього навантаження.

Для вивчення особливостей структурних змін використано методи світлової та сканувальної електронної мікроскопії. Досліджено деформаційний рельєф зразків на різних структурних рівнях на різних етапах надпластичної течії. Для виявлення змін фазового стану сплаву проведено рентгеноструктурний аналіз зразків за різних значень їх відносного видовження. Встановлено, що основним механізмом надпластичної деформації сплаву Sn-38мас.%Pb є в'язка дислокаційно-дифузійна течія матеріалу на відміну від традиційних уявлень про визначальний внесок зерномежового проковзування в процеси масопереносу в умовах надпластичності. Показано, що надпластична деформація сплаву супроводжується повільним розпадом пересичених твердих розчинів на основі його компонентів. Отримані результати дозволяють розширити сучасні уявлення про природу надпластичності евтектичних сплавів і роль фазових перетворень у формуванні їхніх надпластичних властивостей.

Ключові слова: надпластичність, повзучість, деформаційний рельєф, механізм деформації, дислокаційно-дифузійна течія, фазовий стан, евтектичний сплав.

ABSTRACT

Kudin E. S. Structural and Phase State and Deformation Mechanisms of the Eutectic Sn–38 wt.% Pb Alloy under Superplastic Conditions.

Bachelor's Qualification Thesis in Specialty 104 "Physics and Astronomy". – Kharkiv: V. N. Karazin Kharkiv National University, 2026. – 58 p. – 25 figures.

The qualification thesis investigates the features of superplastic deformation of the eutectic Sn–38 wt.% Pb alloy under creep conditions at room temperature. Previous studies have shown that the Sn–38 wt.% Pb alloy is characterized by a metastable phase state and may undergo phase transformations under the influence of mechanical deformation. Therefore, the evolution of the alloy's structure and phase state during superplastic flow under constant external loading was examined in this work.

Optical microscopy and scanning electron microscopy techniques were employed to study the structural changes occurring during deformation. The deformation relief of the specimens was analyzed at different structural levels and at various stages of superplastic flow. To identify changes in the phase state of the alloy, X-ray diffraction analysis was performed on specimens with different values of relative elongation. It was established that the primary mechanism of superplastic deformation in the Sn–38 wt.% Pb alloy is viscous dislocation–diffusion flow of the material, in contrast to the conventional view that grain-boundary sliding makes the dominant contribution to mass transport under superplastic conditions. It was shown that superplastic deformation of the alloy is accompanied by the gradual decomposition of supersaturated solid solutions based on its constituent components. The obtained results expand current understanding of the nature of superplasticity in eutectic alloys and the role of phase transformations in the development of their superplastic properties.

Keywords: superplasticity, creep, deformation relief, deformation mechanism, dislocation–diffusion flow, phase state, eutectic alloy.

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ ТА СКОРОЧЕНЬ.....	5
ВСТУП.....	6
РОЗДІЛ 1. СУЧАСНІ УЯВЛЕННЯ ПРО ЕФЕКТ НАДПЛАСТИЧНОСТІ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ МЕТАЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ (огляд літератури).....	8
1.1. Характерні особливості механічних властивостей надпластичних матеріалів.....	8
1.2. Механізми деформації в умовах надпластичності.....	12
1.3. Надпластичність евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb.....	15
1.3.1. Типові феноменологічні параметри надпластичної деформації сплаву.....	15
1.3.2. Результати досліджень надпластичних властивостей сплаву Sn- 38мас.%Pb в умовах повзучості за кімнатної температури.....	16
1.4. Постановка завдань дослідження.....	19
РОЗДІЛ 2. МАТЕРІАЛ І МЕТОДИКИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ.....	22
2.1. Умови приготування досліджених зразків сплаву Sn-38мас.%Pb.....	22
2.2. Методики експериментальних досліджень.....	23
2.2.1. Методики вивчення структури зразків.....	23
2.2.2. Дослідження фазового стану сплаву.....	25
РОЗДІЛ 3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ.....	27
3.1. Дослідження структурних змін у сплаві Sn-38мас.%Pb в умовах надпластичної деформації.....	27
3.1.1. Результати макроаналізу та світлової мікроскопії.....	27
3.1.2. Результати електронної мікроскопії.....	31
3.2. Фазовий стан дослідженого сплаву Sn-38мас.%Pb і його зміни в умовах надпластичної деформації.....	36
ВИСНОВКИ.....	43
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	44

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ ТА СКОРОЧЕНЬ

НП	Надпластичність
НПД	Надпластична деформація
ЗМП	Зерномежове проковзування
ВДК	Внутрішньозеренне дислокаційне ковзання
ДП	Дифузійна повзучість
СЕМ	Сканувальна електронна мікроскопія
σ	Механічне напруження
δ	Відносне видовження
$\dot{\epsilon}$	Швидкість деформації
m	Коефіцієнт швидкісної чутливості напруження течії

ВСТУП

За звичайних умов більшість полікристалічних металевих матеріалів руйнується після порівняно невеликих пластичних деформацій. Однак у певному інтервалі температур та швидкостей деформації матеріал може переходити у стан, у якому він здатний до дуже великих видовжень без утворення шийки та передчасного руйнування. Саме така здатність і становить сутність ефекту надпластичності.

Актуальність теми дипломної роботи пов'язана з тим, що надпластичні матеріали одночасно мають фундаментальне і прикладне значення. З одного боку, вони є зручними об'єктами для вивчення механізмів пластичної деформації, ролі меж зерен, дифузійних процесів і внутрішніх напружень. З іншого боку, ефект надпластичності використовується в технологіях формоутворення деталей складної форми, коли необхідно отримати значну деформацію за малих зусиль. Особливо цінними для таких досліджень є евтектичні сплави, оскільки в них порівняно легко формується дрібнозерниста двофазна структура. Саме за такої умови ефект надпластичності, переважно, й спостерігається.

У зв'язку з цим слід зауважити, що надпластичність, зумовлену досить малим розміром зерна, відносять до структурної надпластичності. Водночас, ефект, пов'язаний, зокрема, з фазовим перетворенням, класифікують як надпластичність за особливих зовнішніх умов. Проте аналіз літературних даних свідчить, що системні дослідження фазового стану полікомпонентних полікристалічних матеріалів, що проявляють структурну надпластичність, практично не проводилися. Априорі вважається, що він є рівноважним. Отже, вказаний аспект проблеми залишається незрозумілим, а тому актуальним і потребує подальшої експериментальної розробки.

Наразі не можна вважати остаточно вирішеним і питання стосовно основного механізму надпластичної деформації. Вважається, що таким механізмом є відносне переміщення зерен шляхом зерномежевого

проковзування. Однак вже сама методика дослідження цього механізму шляхом нанесення на поліровану поверхню подряпин та вивчення їх розривів та зміщень в умовах деформації заслуговує на критику. Структурно-фазовий стан і механічні властивості поверхневого шару можуть суттєво змінюватися в результаті механічної обробки. При загартуванні зразків причиною зміщення подряпин можуть бути механічні напруження, які виникають при цьому в поверхневих шарах зразків.

Евтектичний сплав Sn-38мас.%Pb належить до класичних модельних матеріалів, які проявляють, як вважається, структурну надпластичність. Цей ефект не пов'язують з протіканням фазового перетворення. Втім фазовий стан сплаву в умовах надпластичності також залишається практично невивченим. Прояснення ролі фазової нестабільності сплаву у виникненні ефекту надпластичності, взаємозв'язку механізмів деформації з можливими фазовими перетвореннями має важливе значення для більш глибокого розуміння його фізичної природи.

Метою дипломної роботи є узагальнення сучасних уявлень про надпластичність полікристалічних металевих матеріалів та аналіз структурно-фазового стану сплаву Sn-38мас.%Pb, який формується в умовах його швидкої кристалізації (необхідної передумови для створення надпластичного стану) і структурних та фазових змін, спричинених деформацією в умовах надпластичності. Результати таких досліджень є важливими для подальшого розвитку теоретичних уявлень про надпластичність і для створення нових надпластичних матеріалів.

РОЗДІЛ 1. СУЧАСНІ УЯВЛЕННЯ ПРО ЕФЕКТ НАДПЛАСТИЧНОСТІ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ МЕТАЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ (огляд літератури)

1.1. Характерні особливості механічних властивостей надпластичних матеріалів

Ефект надпластичності не є властивістю лише окремих груп сплавів. Дослідження показали, що за відповідного поєднання температури, швидкості деформації та структурного стану здатність до надпластичної (НП) течії може проявлятися у найрізноманітніших матеріалах. Такий ефект спостерігається в евтектичних і евтектоїдних системах, у чистих металах, твердих розчинах та навіть у деяких кераміках. Водночас встановлено, що механізм надпластичної деформації (НПД) не визначається схемою навантаження або способом деформування [1–7].

Надпластичність прийнято поділяти на два основні види. Перший –структурна надпластичність – пов'язаний зі спеціально сформованою дрібнозернистою структурою і реалізується за ізотермічних умов. У другому випадку матеріали проявляють надпластичність внаслідок дії специфічних зовнішніх чинників – фазових перетворень, радіаційного впливу та циклічної зміни температури під час деформації. Саме структурна надпластичність сьогодні розглядається як найбільш характерний і практично важливий прояв цього ефекту.

Формування НП стану безпосередньо пов'язане зі створенням ультрадрібнозернистої мікроструктури матеріалу. Вирішення цієї проблеми ґрунтується, з одного боку, на регулюванні хімічного та фазового складу сплаву, що забезпечує природне формування стабільного дрібного зерна. Інший спосіб передбачає використання спеціальних технологічних методів обробки, які дозволяють подрібнити структуру практично незалежно від складу матеріалу. У більшості випадків найкращий результат забезпечує комбіноване використання обох підходів [1–3, 5, 8].

Хоча наявність дрібного зерна є необхідною умовою надпластичності, сам по собі розмір зерен не визначає повністю особливості НП поведінки матеріалу. Важливу роль відіграють також фазовий склад, кількісні співвідношення між фазами та їхня здатність зберігати структурну стабільність під час деформації. Крім того, мають значення механічні властивості окремих фаз і характер їх взаємодії в процесі НПД [1–5].

Ультрадрібнозернистий стан супроводжується різким збільшенням питомої площі меж зерен. У таких умовах межі зерен стають одним із головних елементів, що визначають механічну поведінку матеріалу. Саме тому для НП деформації особливого значення набувають процеси зернограничного ковзання та переміщення меж зерен. Ці процеси безпосередньо забезпечують можливість розвитку значних пластичних деформацій. Проте механізми поведінки меж зерен під час деформування залишаються недостатньо дослідженими через складність їх експериментального аналізу.

Однією з найважливіших характеристик надпластичного стану є здатність матеріалу деформуватися без утворення зон локалізації деформації. В умовах звичайної пластичної деформації спостерігається зміцнення матеріалу, після чого виникає шийка і відбувається руйнування. У надпластичному стані ситуація принципово інша: деформація може тривалий час розвиватися за майже незмінного рівня напружень. Завдяки цьому матеріал здатний витримувати дуже великі деформації без руйнування — від сотень до тисяч відсотків відносного видовження. У деяких випадках замість зміцнення навіть відбувається поступове зниження опору деформації. На рис. 1.1 наведено, як приклад, деформаційні криві, які цього разу спостерігаються.

Математично зв'язок між напруженням течії σ , ступенем деформації ε та швидкістю деформування $\dot{\varepsilon}$ в ізотермічних умовах описують рівнянням:

$$\sigma = A\varepsilon^n \dot{\varepsilon}^m. \quad (1.1)$$

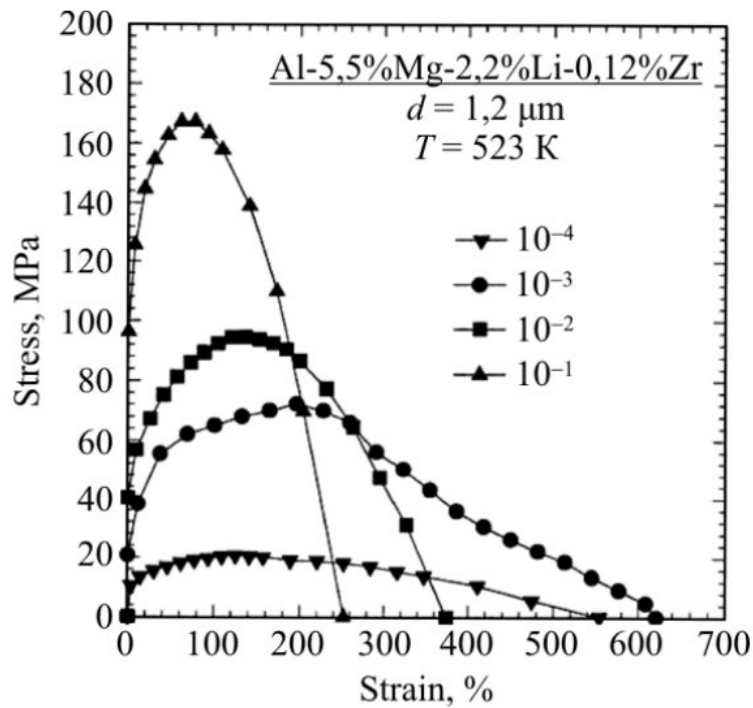


Рис. 1.1. Залежність діючого механічного напруження σ від відносного видовження ε зразків надпластичного сплаву 1420 [9].

У цьому співвідношенні параметр n характеризує деформаційне зміцнення, а параметр m – чутливість напруження до зміни швидкості деформації. Для надпластичних матеріалів зміцнення зазвичай є незначним, тому рівняння спрощується до вигляду:

$$\sigma = A\dot{\varepsilon}^m. \quad (1.2)$$

Коефіцієнт швидкісної чутливості напруження течії визначають через залежність:

$$m = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\varepsilon}}. \quad (1.3)$$

Для звичайної пластичної деформації величина m є дуже малою і, як правило, знаходиться в інтервалі 0.01–0.2. У надпластичному стані цей параметр різко зростає і може досягати значень близько 0.5 і більше. Відомі експерименти, в яких величина m досягала 0.8. Слід нагадати, що для в'язкої

течії рідини параметр $m = 1$. Саме висока швидкісна чутливість забезпечує стабільність НПД. Якщо в певній ділянці зразка швидкість деформування починає локально зростати, одночасно збільшується й опір течії, що стримує подальшу локалізацію деформації та перешкоджає утворенню шийки.

Для надпластичних матеріалів характерною є сигмоїдальна залежність між логарифмами напруження течії та швидкості деформації. У межах цієї залежності виділяють три характерні області. За низьких швидкостей деформації чутливість до швидкості невисока, і ефект надпластичності виражений слабо. У проміжному інтервалі швидкостей параметр m різко зростає, і саме тут реалізуються максимальні значення видовжень до зруйнування δ . Для більшості матеріалів цей інтервал відповідає швидкостям деформації приблизно від 10^{-4} до 10^{-1} с^{-1} . За подальшого підвищення швидкості деформування значення m знову зменшується, а поведінка матеріалу поступово наближається до звичайної пластичної течії.

Таким чином, надпластичний стан характеризується комплексом специфічних механічних властивостей, серед яких основними є: здатність до надзвичайно великих пластичних деформацій; висока стійкість пластичної течії; відсутність інтенсивного деформаційного зміцнення; порівняно невеликі напруження течії; сильна залежність характеристик деформації від швидкості деформування.

Схематично залежності σ , δ та параметра m від швидкості деформації показано на рис. 1.2.

Усі параметри надпластичної течії – рівень напружень, величина коефіцієнта швидкісної чутливості, допустимі швидкості деформації та межі оптимального інтервалу – визначаються мікроструктурою матеріалу та температурними умовами деформації.

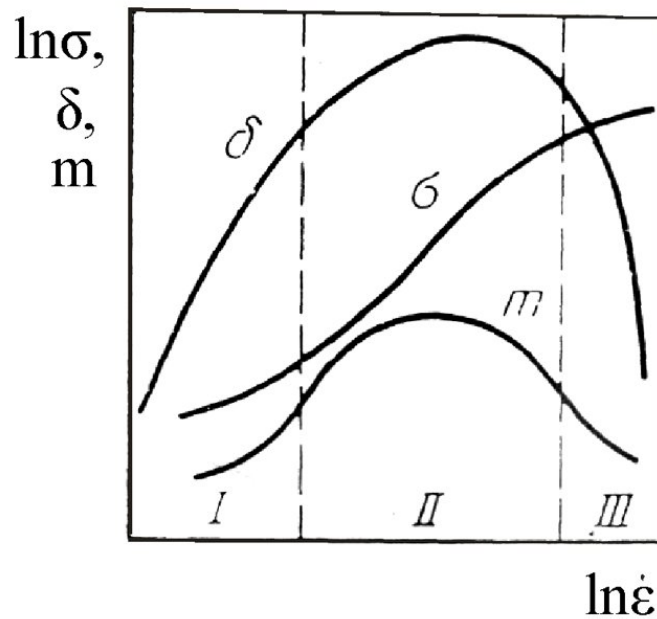


Рис. 1.2. Типові залежності напруження течії, відносного видовження та коефіцієнта m від швидкості деформації надпластичних матеріалів. I, II, III – характерні області деформації.

1.2. Механізми деформації в умовах надпластичності

Сучасні уявлення про надпластичність значною мірою сформувалися завдяки експериментальним вивченням механізмів деформації. Дослідження показали, що в умовах НП стану деформація реалізується завдяки кільком механізмам, основні з яких: дифузійна повзучість (ДП), внутрішньозеренне дислокаційне ковзання (ВДК) та зерномежеве проковзування (ЗМП). Ефект надпластичності виникає внаслідок спільної взаємодії зазначених деформаційних процесів [1–7, 10–16].

Вважається, що дифузійній повзучості належить роль акомодативного механізму в умовах НП деформації.

Згідно з традиційними уявленнями про дифузійну повзучість, за наявності у матеріалі тих або інших дисперсних включень дифузійний масоперенос під впливом зовнішніх напружень повинен приводити до утворення збіднених зон поблизу меж зерен, орієнтованих перпендикулярно до напрямку розтягу. Разом із тим експериментальні спостереження

показують, що розташування та розміри таких зон після НП деформації мають нерегулярний характер, що пов'язано з впливом локальних внутрішніх напружень. Додатковим підтвердженням цього є слабо виражене витягування зерен, хоча дифузійний масоперенос зазвичай повинен супроводжуватися більш помітною зміною їх форми.

Результати досліджень свідчать, що роль дифузійної повзучості у НПД значною мірою визначається швидкістю деформації. За оптимальних умов деформації внесок ДП у загальному деформаційному процесі є незначним, однак при зменшенні швидкості деформації цей внесок зазвичай збільшується.

Дані щодо внеску внутрішньозеренного руху дислокацій у загальну деформацію при НПД на сьогодні залишаються обмеженими [1, 3, 5, 12]. Для більшості НП матеріалів навіть після значних видовжень не спостерігається вираженої дислокаційної субструктури. У багатьох випадках зерна лишаються майже вільними від дислокацій. Дослідження також показують, що після надпластичної деформації в зернах не спостерігаються характерні лінії ковзання.

Водночас результати досліджень підтверджують участь внутрішньозеренної деформації у процесі НП течії. Дислокаційні структури найчастіше виявляються у надпластичних сплавах із дисперсними включеннями або двійниками після швидкого охолодження зразків безпосередньо після деформування. Про формування субструктури також може свідчити зміна текстури матеріалу [1, 3, 5].

Внутрішньозеренне дислокаційне ковзання (ВДК) в умовах надпластичності включає процеси утворення, переміщення та поглинання дислокацій. У дрібнозернистих НП матеріалах активація джерел Франка – Ріда всередині зерен є малоімовірною. Це пов'язано з тим, що необхідний рівень напружень значно перевищує напруження надпластичної течії [1]. У зв'язку з цим основними місцями зародження дислокацій вважаються межі зерен, де формуються локальні концентрації напружень. За даними експериментальних досліджень, у деяких сплавах внесок внутрішньозеренного дислокаційного

ковзання при оптимальних швидкостях деформації може досягати 20–30% від загальної деформації. При підвищенні швидкості деформації роль ВДК зазвичай зростає. За оптимальних умов надпластичної течії ВДК також виконує переважно акомодатійну функцію [1, 3, 5].

Важливим видом деформації полікристалічних матеріалів є зерномежеве проковзування, яке зумовлює взаємне переміщення зерен уздовж поверхні їхньої спільної межі. Інтенсивність ЗМП при надпластичній течії суттєво залежить від швидкості деформації. Найбільший внесок зерномежевого проковзування спостерігається в області оптимальних швидкостей деформації, де його частка інколи досягає 70–80% від загальної деформації.

Під час розвитку ЗМП при надпластичній деформації попередньо нанесені поверхневі риси зазвичай розриваються без помітного викривлення поблизу меж зерен – рис. 1.3.

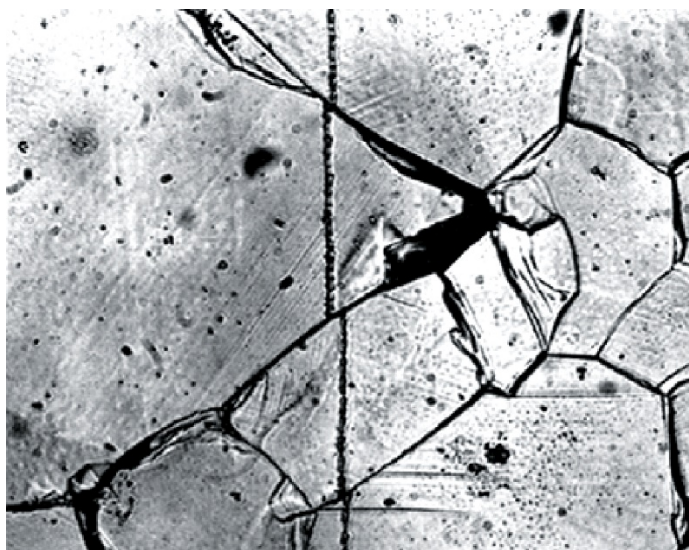


Рис. 1.3. Спостереження зерномежевого проковзування в умовах надпластичності: зсув подряпини у сплаві Al-Mg при горизонтальному розтягуванні при 200 °C [7].

Це вказує на те, що зміщення зерен реалізується безпосередньо по поверхні міжзеренної межі. В умовах надпластичності межі зерен стають помітними на поверхні зразка вже на початкових стадіях деформації через їх

взаємне зміщення. У процесі НП деформації зерна можуть також обертатися та змінювати своє взаємне розташування [1].

В умовах надпластичності спостерігається також кооперативне зернограничне проковзування [17, 18]. Для кооперативного зернограничного проковзування характерне спільне зміщення груп зерен, яке реалізується вздовж певних напрямків, близьких до напрямків максимальних дотичних напружень.

Механізм взаємного зміщення зерен на атомному рівні досі залишається не повністю з'ясованим. Згідно з уявленнями О. А. Кайбишева [1], активне зерномежеве проковзування в умовах надпластичної деформації реалізується в результаті взаємодії ґраткових дислокацій із міжзеренними межами.

Описані вище механізми формують основу класичних уявлень про надпластичну деформацію. Водночас сучасні дослідження свідчать про наявність багатьох недостатньо вивчених питань, а окремі експериментальні результати не завжди узгоджуються з традиційними уявленнями про механізми надпластичності. На вирішення таких питань і спрямовані дослідження, проведені в цій дипломній роботі.

1.3 Надпластичність евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb

1.3.1. Типові феноменологічні параметри надпластичної деформації сплаву

Закономірності прояву ефекту надпластичності евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb є досить добре відомими. Їх дослідження розпочалися ще з роботи Пірсона [19] 1934-го року, в якій вперше були виявлені значні видовження (близько 2000%) гарячепресованих зразків цього сплаву під дією досить низьких напружень. На основі проведених металографічних досліджень Пірсон зробив висновок про те, що такі видовження забезпечуються зернограничним ковзанням. Про це свідчили відсутність зміни форми зерен

у процесі деформування (зерна у сплаві залишалися рівноосними) та наявність характерного рельєфу, який формувався на поверхні зразків у процесі деформації.

На сьогодні накопичено значний обсяг експериментальних даних щодо надпластичної поведінки цього сплаву [19–25]. Подальші дослідження показали, що сплав Sn-38мас.%Pb проявляє ефект надпластичності вже за кімнатної температури. При її підвищенні оптимальний інтервал надпластичності зміщується в бік більших швидкостей деформації, і відності видовження також зростають. Максимальних значень параметри $\dot{\epsilon}$, δ та m досягають при температурах, близьких до евтектичної.

Сплав Sn-38мас.%Pb вважається типовим представником матеріалів, що проявляють структурну надпластичність. Евтектичні сплави мають природну дрібнодисперсну структуру і розвинену мережу міжфазних меж. При цьому їх структура характеризується високою стабільністю завдяки гальмуванню зростання зерен другою фазою в умовах деформування, що й створює сприятливі умови для реалізації надпластичності.

Згідно з точкою зору, що затвердилася до недавнього часу, фазовий стан сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах прояву ефекту надпластичності є рівноважним. Тому природно, що дослідження, спрямовані на вивчення змін фазового стану цього сплаву, наскільки відомо, до недавнього часу не проводилися.

1.3.2. Результати попередніх досліджень надпластичних властивостей сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах повзучості за кімнатної температури

Аналіз літературних даних свідчить, що надпластичність сплаву Sn-38мас.%Pb практично у всіх випадках вивчали в умовах активного навантаження [1–5, 20–25]. У цьому разі умови деформування матеріалу весь час змінюються у зв'язку зі зміною довжини зразка. В результаті умови прояву ефекту надпластичності не зберігаються, і отримані експериментальні дані не

завжди є коректними. Крім того, переважна більшість експериментів була проведена при високих температурах, тоді як структурні дослідження виконували за кімнатної температури. Природно очікувати, що це може вносити суттєві зміни в структурно-фазовий стан матеріалу, характерний для власне надпластичної деформації.

Враховуючи вищесказане, в раніше проведених дослідженнях були вивчені закономірності прояву ефекту надпластичності сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах повзучості при постійному зовнішньому напруженні за кімнатної температури [26]. Було встановлено, що феноменологічні параметри надпластичної деформації суттєво залежать від умов кристалізації сплаву, попередньої термічної та механічної обробки і тривалості природнього старіння зразків. Можна вважати, що це пов'язано, зокрема, з нерівноважністю фазового стану сплаву, чутливого до впливу зазначених факторів. Деякі результати цих досліджень наведено на рис. 1.4.

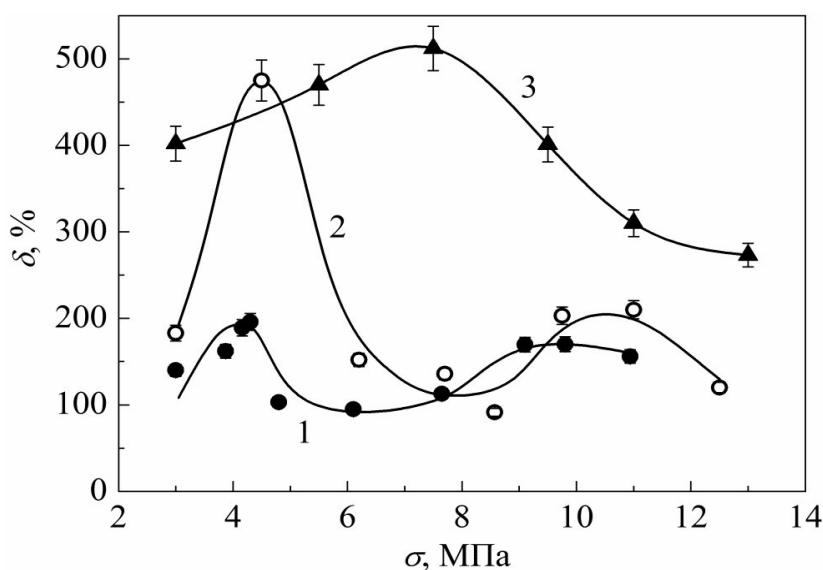


Рис. 1.4. Залежності видовження до зруйнування δ від напруження σ зразків сплаву Sn-38мас.%Pb: 1 – зразок після попередньої пластичної деформації стисненням на $\approx 70\%$; 2 – зразок, зістарений упродовж 1.5 місяців після стиснення; 3 – відпалений після стиснення зразок.

Таким чином, проведений аналіз наявних експериментальних даних вказує на те, що важливими для розуміння сутності структурних та фазових

трансформацій, які відбуваються під час надпластичної деформації, є експериментальні дані, отримані безпосередньо в умовах дії зовнішнього навантаження. При цьому слід зазначити, що в надпластично деформованих полікристалічних матеріалах після розвантаження відбуваються досить інтенсивні релаксаційні процеси. Про це свідчать аномально великі швидкості та «глибина» релаксації внутрішніх напружень, що спостерігаються в експериментах. Природно вважати, що такі релаксаційні процеси пов'язані із досить суттєвими структурно-фазовими змінами у матеріалі. Отже, експериментальні дані, які отримують після, зазвичай, досить тривалої витримки зразків у розвантаженому стані, не можуть достатньо коректно відображати структурно-фазовий стан матеріалу в умовах надпластичної деформації. Крім того, і на структуру, і на фазовий стан матеріалу істотно впливає механічна обробка деформованих зразків. Однак накопичені на сьогодні експериментальні дані свідчать про практичну відсутність досліджень надпластичної деформації в режимі *in situ*.

Зважаючи на вищесказане, в проведених раніше експериментах було вперше вивчено зміни внутрішнього тертя і пружних характеристик досліджуваного сплаву Sn-38мас.%Pb під впливом циклічної мікропластичної деформації при кімнатній температурі [27].

Експерименти були проведені з використанням методу резонансних згинних коливань в режимі деформаційного «накачування» зразків при відносній деформації на їхній поверхні в інтервалі $\varepsilon_0 \sim 10^{-3}$. Досліджували залежності внутрішнього тертя і модуля пружності від часу деформації. Основними результатами цих досліджень були поява максимуму внутрішнього тертя і зміни модуля Юнга в процесі деформаційного «накачування» зразків. У кінцевому підсумку, проведені експерименти дозволили виявити метастабільність вихідного фазового стану сплаву Sn-38мас.%Pb та протікання фазового перетворення, ініційованого мікропластичною деформацією.

Зазначені експерименти стали підґрунтям для проведення досліджень, результати яких представлено в цій дипломній роботі. Адже природньо припускати, що в умовах надпластичної деформації досліджуваного сплаву Sn-38мас.%Pb також протікає фазове перетворення, і найбільш ймовірно – розпад пересичених твердих розчинів, які формуються в сплаві в умовах швидкої кристалізації.

Крім того, у роботі [28] вперше було встановлено, що НП течія супроводжується суттєвим зменшенням модуля Юнга сплаву Sn-38мас.%Pb. Найбільш ймовірною причиною цього також є протікання фазового перетворення в умовах деформування.

1.4. Постановка завдань дослідження

Як вже було зазначено вище, досліджений у дипломній роботі сплав Sn- 38мас.%Pb традиційно вважається здатним до прояву структурної надпластичності. Тобто, цей ефект виникає за певних умов механічного навантаження завдяки дрібнозернистості структури сплаву. Така структура формується при швидкій кристалізації та в результаті подальшої інтенсивної пластичної деформації зливків. Саме це й забезпечує можливість прояву сплавом надпластичних властивостей. При цьому вважається, що вихідний фазовий стан сплаву є рівноважним, і ніяких фазових змін в умовах надпластичності не відбувається. Водночас, аналіз літератури свідчить, що послідовні системні дослідження фазового стану надпластичного евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb на різних етапах його отримання, як і, власне, в умовах надпластичності, не проводилися. Отже, можлива роль нерівноважності фазового стану, а, ймовірно, і фазового перетворення у прояву надпластичності сплаву залишається невизначеною.

Виконанню цієї дипломної роботи передували дослідження закономірностей прояву ефекту надпластичності сплаву Sn-38мас.%Pb, які були виконані в лабораторіях фізичного факультету Харківського

національного університету імені В. Н. Каразіна. При цьому механічні випробування були проведені в умовах повзучості при постійному зовнішньому напруженні за кімнатної температури. Сталість діючого зовнішнього напруження є принциповим моментом у цих дослідженнях, оскільки саме за таких умов експериментальні результати, отримані в досить широкому інтервалі видовжень зразків, здатні коректно відображати фізичні процеси, які відбуваються в умовах надпластичності. Проведення експериментів при кімнатній температурі дозволяє запобігати впливу змін температури на фазовий стан матеріалу.

Незважаючи на точку зору стосовно міжзеренного проковзування як визначального механізму надпластичної деформації, яка встановилася, слід зауважити, що при передплавильних температурах, в умовах так званої «субсолідусної» надпластичності, активно розвивається пластична деформація зерен. Тобто, сутність основного механізму НПД не можна вважати остаточно встановленою. А отже, є потреба у подальшому вивченні цього питання.

В окремих експериментах, як зазначено в 1.3.2, було також вивчено вплив циклічної мікропластичної деформації на внутрішнє тертя та пружні характеристики надпластичного евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb. Результати цих досліджень дозволили виявити метастабільність вихідного фазового стану сплаву та протікання фазового перетворення, стимульованого мікропластичною деформацією. Природно очікувати, що таким перетворенням є розпад пересичених твердих розчинів, які формуються в сплаві в умовах швидкої кристалізації, необхідної для прояву ефекту надпластичності, і надпластична деформація також відбувається на фоні протікання зазначеного фазового перетворення.

Ґрунтуючись на результатах аналізу відомих літературних даних та попередніх надпластичних властивостей сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах повзучості за кімнатної температури, було сформульовано перелік завдань, які мають бути вирішеними в дипломній роботі:

- 1) вивчити структурні зміни, які відбуваються в евтектичному сплаві Sn-38мас.%Pb в процесі надпластичної деформації в умовах повзучості при сталому прикладеному напруженні за кімнатної температури; проаналізувати та узагальнити результати досліджень, виконаних з використанням методів світлової та сканувальної електронної мікроскопії;
- 2) встановити основний механізм надпластичної течії сплаву Sn-38мас.%Pb за обраних умов механічного навантаження;
- 3) виконати аналіз фазового складу (об'ємного співвідношення фаз – твердих розчинів свинцю в олові та олова у свинці) у вихідному стані надпластичного сплаву Sn-38мас.%Pb з урахуванням результатів розрахунків об'ємного співвідношення фаз при кімнатній та евтектичній температурах за даними діаграми стану системи Sn-Pb;
- 4) дослідити зміни фазового стану сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах надпластичної деформації.

РОЗДІЛ 2. МАТЕРІАЛ І МЕТОДИКИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

2.1. Умови приготування досліджених зразків сплаву Sn-38мас.%Pb

Вибір сплаву Sn-38мас.%Pb зумовлений його належністю до класичних евтектичних систем, які, як вважається, проявляють структурну надпластичність. Сплав демонструє надпластичну поведінку за кімнатної температури, що робить його зручним модельним об'єктом для вивчення питань, пов'язаних з особливостями вихідного фазового стану та його трансформацій в умовах НП деформації. Температура сплаву залишається незмінною і на етапі попередньої механічної обробки, і в процесі НП течії та наступних досліджень.

Сплав Sn-38мас.%Pb характеризується значною відмінністю взаємної розчинності компонентів. Розчинність олова у свинці ($\alpha(\text{Pb})$ -фазі) суттєво зростає при підвищенні температури і досягає майже 30 ат.% при температурі евтектики. А розчинність свинцю в $\beta(\text{Sn})$ -фазі при температурі евтектики становить лише 1.45 ат.%. Це також робить сплав зручним об'єктом для вивчення можливої ролі фазової нестабільності у створенні надпластичного стану полікомпонентних металевих систем.

Сплав одержували в лабораторних умовах шляхом сплавлення олова та свинцю чистотою 99.90% і лиття на масивну мідну підкладку. Застосування мідної підкладки забезпечувало інтенсивне тепловідведення під час кристалізації, що сприяло, зокрема, формуванню дрібнозернистої глобулярної мікроструктури.

В окремих дослідженнях було встановлено, що охолодження розплаву від температури нагріву ($\approx 425^\circ\text{C}$) до температури кристалізації здійснювалося зі швидкістю $\approx 200^\circ\text{C}/\text{с}$. Процес кристалізації розпочинався при переохолодженні приблизно 30°C .

Після кристалізації отримані зливки піддавали попередній пластичній деформації шляхом стиснення на гідравлічному пресі. Ступінь стиснення становив приблизно 70–75%. Така механічна обробка була необхідною для формування структурного стану, сприятливого для реалізації надпластичної течії. Попередня пластична деформація сприяла подрібненню структурних складових, збільшенню питомої площі міжзеренних і міжфазних меж, а також

виникненню залишкових внутрішніх напружень, що також було встановлено в окремих дослідженнях.

Із попередньо стиснутих заготовок виготовляли зразки для механічних випробувань. Їхня робоча частина мала розміри близько $10 \times 4.5 \times 0.9$ мм³. Загальною вимогою до зразків було забезпечення геометрії, придатної для проведення випробувань в умовах одновісної повзучості.

Особливу увагу приділяли стану поверхні зразків. У частині експериментів поверхню зразків шліфували і полірували, тоді як в інших випадках шліфування та полірування свідомо обмежували або не застосовували. Такий підхід є досить обґрунтованим. Природно очікувати, що після зазначеної обробки поверхневі шари зразків як за механічними характеристиками, так і за фазовим складом можуть відрізнятися від об'ємної частини матеріалу, що, безумовно, буде спричинюватись до отримання не зовсім коректних результатів.

2.2. Методики експериментальних досліджень

2.2.1. Методики вивчення структури зразків

Дослідження структурних особливостей евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb є необхідною складовою аналізу його надпластичної поведінки, оскільки характер НП течії безпосередньо визначається зеренною структурою, фазовим станом та особливостями міжфазної взаємодії. Для комплексного вивчення структурних змін, що виникають у процесі деформації, у роботі були застосовані методи світлової та сканувальної електронної мікроскопії (СЕМ). Використання цих методів дало можливість аналізувати структуру матеріалу на різних масштабних рівнях — від макроскопічних проявів локалізації деформації, дослідження мезоскопічного деформаційного рельєфу, сформованого в умовах повзучості, до особливостей морфології окремих зерен. Виконано також макроаналіз деформованих зразків для контролю зміни

форми їхньої робочої частини, оцінювання однорідності деформації та виявлення особливостей деформаційного рельєфу на макроскопічному рівні.

Дослідження проведено за допомогою оптичних мікроскопів МИМ-7 та МБС-9 і растрових електронних мікроскопів (РЕМ) JSM-840 та JSM-820 з системою рентгенівського мікроаналізу LINK AN/85S. Значну увагу було приділено виявленню та аналізу деформаційних макросмуг, які відображають розвиток кооперативних процесів у полікристалічному матеріалі.

Оцінювання середнього розміру зерна здійснювали методом січних, який є одним із стандартних методів кількісного металографічного аналізу. Отримані результати підтвердили формування в сплаві дрібнозернистої структури із середнім розміром зерен близько 1.5 мкм, що є характерною передумовою реалізації його надпластичного стану.

Приготування металографічних шліфів здійснювали традиційним способом. Остаточну обробку шліфів проводили з використанням алмазної пасти зернистістю 1/0. При цьому завжди не допускалося нагрівання зразків.

Особливості формування деформаційного рельєфу відстежували, зокрема, шляхом спостережень за поведінкою маркерних рисок, нанесених до деформації на поліровану поверхню робочої частини зразка перпендикулярно до осі розтягу. Риски наносили за допомогою алмазної пасти зернистості 48/45.

Використання методів сканувальної електронної мікроскопії забезпечило можливість аналізу морфології зерен, характеру їх витягування вздовж осі розтягу, а також аналізу областей локалізованої пластичної деформації. Висока роздільна здатність електронного мікроскопа дала змогу досліджувати особливості топології поверхні та структури матеріалу на мікро- і мезоскопічному рівнях.

Електронно-мікроскопічний аналіз дав можливість простежити структурну неоднорідність різних ділянок зразка – від малодеформованих ділянок, розташованих поблизу головок зразків, до області шийки, де локальна деформація досягала 600–800%.

Таким чином, комплексне використання методів світлової та сканувальної електронної мікроскопії забезпечило можливість дослідити як вихідний структурний стан сплаву Sn–38 мас.% Pb, так і еволюцію його структури в умовах надпластичної деформації. Отримані результати дозволили зробити висновок про визначальний механізм масопереносу, який реалізується за цих умов.

2.2.2. Дослідження фазового стану сплаву

У дипломній роботі подано та проаналізовано, перш за все, експериментальні дані про фазовий склад сплаву Sn-38мас.%Pb у вихідному стані, який формується в умовах кристалізації. Відразу слід зазначити, що реалізовані умови кристалізації дослідженого сплаву були типічними для умов отримання цього сплаву, які, згідно з відомими літературними даними, забезпечують прояв ефекту надпластичності. Досліджено також зміни структурно-фазового стану, зумовлені НП деформацією.

Встановлення особливостей фазового стану типового надпластичного сплаву Sn–38мас.%Pb, які спричиняються до прояву ним НП властивостей, є одним із важливих етапів, спрямованих на досягнення більш глибокого розуміння фізичної природи ефекту надпластичності. Результати таких досліджень є значимими, зокрема, для встановлення механізмів надпластичної деформації. Здатність матеріалу до реалізації надпластичної течії безпосередньо визначається його структурно-фазовим станом, у тому числі, ступенем його фазової нерівноважності, підтвердження або спростування наявності якої і є одним із завдань дипломної роботи.

Для вивчення фазового складу сплаву Sn-38мас.%Pb використовували методи рентгеноструктурного аналізу та електронної мікроскопії. Експериментальні дослідження були проведені за допомогою рентгенівського дифрактометра ДРОН-2.0 із застосуванням фільтрованого $\text{CuK}\alpha$ -випромінювання. Робочі параметри рентгенівської трубки перебували в межах

30–40 кВ за напругою та 10–12 мА за силою струму. Оцінювання фазового складу здійснювали за допомогою електронного мікроскопа JSM_820 шляхом визначення відносного об'ємного співвідношення фаз на основі олова та свинцю. Кількісну оцінку виконували за площею ділянок, зайнятих відповідними фазами на електронно-мікроскопічних зображеннях, з використанням програмного забезпечення електронного мікроскопа. Розміри досліджених ділянок становили від 1 мм × 1 мм до 300 мкм × 200 мкм.

РОЗДІЛ 3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

3.1.1. Результати макроаналізу та світлової мікроскопії

Структуру сплаву після деформації в оптимальних умовах надпластичності з використанням методів оптичної мікроскопії вивчали

шляхом аналізу полірованих і неполірованих поверхонь зразків. Дослідження були проведені на мезоскопічному (тобто у масштабі груп зерен) та макроскопічному рівнях.

На поліровані поверхні за допомогою алмазної пасти наносили маркерні риси перпендикулярно до напрямку розтягу. Вивчали зміни мезоструктури фіксованої ділянки поверхні при додатковій деформації $\approx 20\%$. Результати проведених досліджень подано на рис. 3.1.

Було встановлено, що під час розтягу на полірованій поверхні формується чітка сітка меж зерен. Маркерні риси при цьому зміщуються вздовж напрямку розтягу, їх початкова орієнтація залишається практично незмінною. У переважній більшості випадків риси залишаються суцільними в процесі розтягу, розриви та взаємні зміщення частин однієї й тієї ж риси фіксуються вкрай рідко. Спостерігаються також згини та тенденція до «заліковування» маркерів: більш чіткі риси розмиваються та стають менш контрастними, а дрібні подряпини не виявляються зовсім.

При дослідженні неполірованої поверхні зразків було виявлено систему смуг локалізованої деформації в структурі надпластично деформованих зразків – рис. 3.2. За своєю морфологією ці смуги подібні до смуг Чернова – Людерса.

У розвитку смуг локалізованої деформації у процесі надпластичної течії спостерігається певна закономірність. На початкових етапах деформації смуги орієнтовані під кутом $\approx 45^\circ$ до осі розтягу, що відповідає напрямку максимальних дотичних напружень. У процесі накопичення відносного видовження до $\approx 150\%$ вони поступово розвертаються в напрямку дії зовнішнього напруження і, в кінцевому підсумку, співпадають з цим напрямком та втрачають свою чіткість.

Динаміку розвитку смуг локалізованої деформації відображено на рис. 3.3.

Результати світлової мікроскопії свідчать, що надпластична деформація сплаву Sn-38мас.%Pb є складним багаторівневим процесом. Отримані дані не

узгоджуються з традиційними уявленнями про зерномежове проковзування як визначальний механізм деформації в умовах надпластичності. Крім того, встановлено, що структурні зміни, які відбуваються в умовах НПД у приповерхневих шарах полірованих і неpolірованих зразків, є суттєво різними. Це вказує на те, що механічна обробка суттєво змінює структурний стан приповерхневих шарів, а структурні зміни, які в них відбуваються в процесі надпластичної течії, не відтворюють зміни структури в об'ємі зразків.

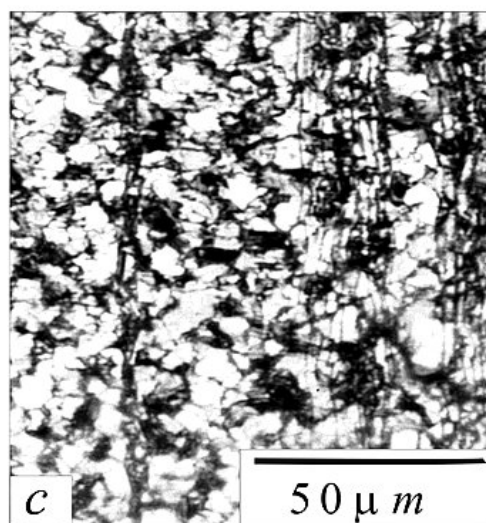
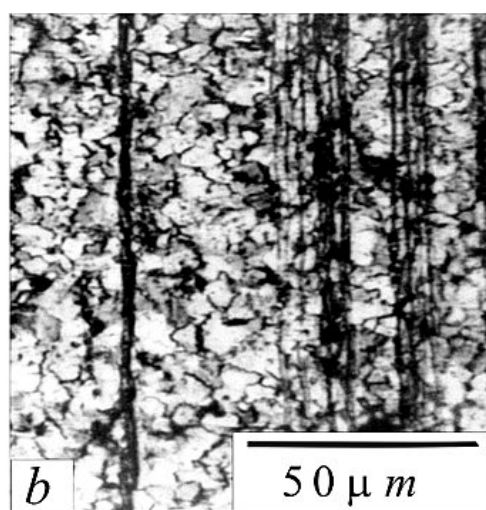
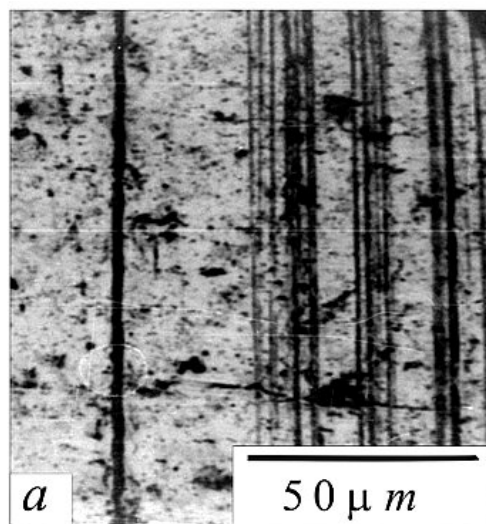


Рис. 3.1. Трансформація мезоструктури фіксованої ділянки полірованої поверхні зразка сплаву Sn-38мас.%Pb у процесі розтягу при відносних видовженнях: а – 0%; б – 20%; в – 40%.

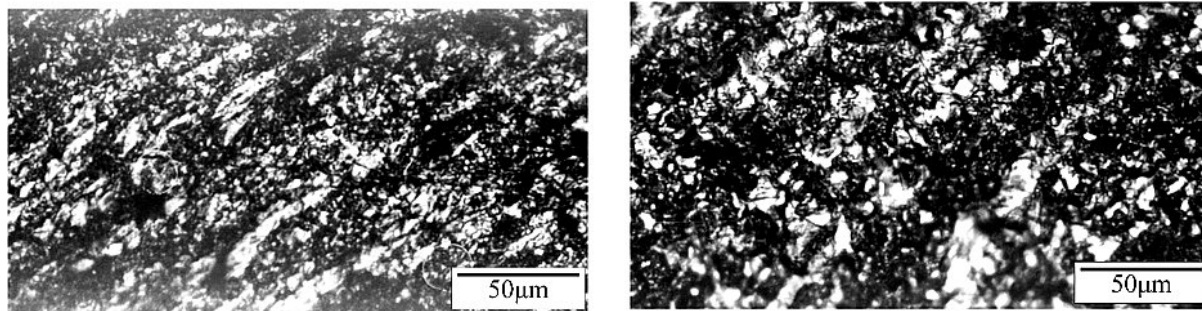


Рис. 3.2. Оптичне зображення неpolірованої поверхні деформованого на 70% зразка сплаву Sn-38мас.%Pb.

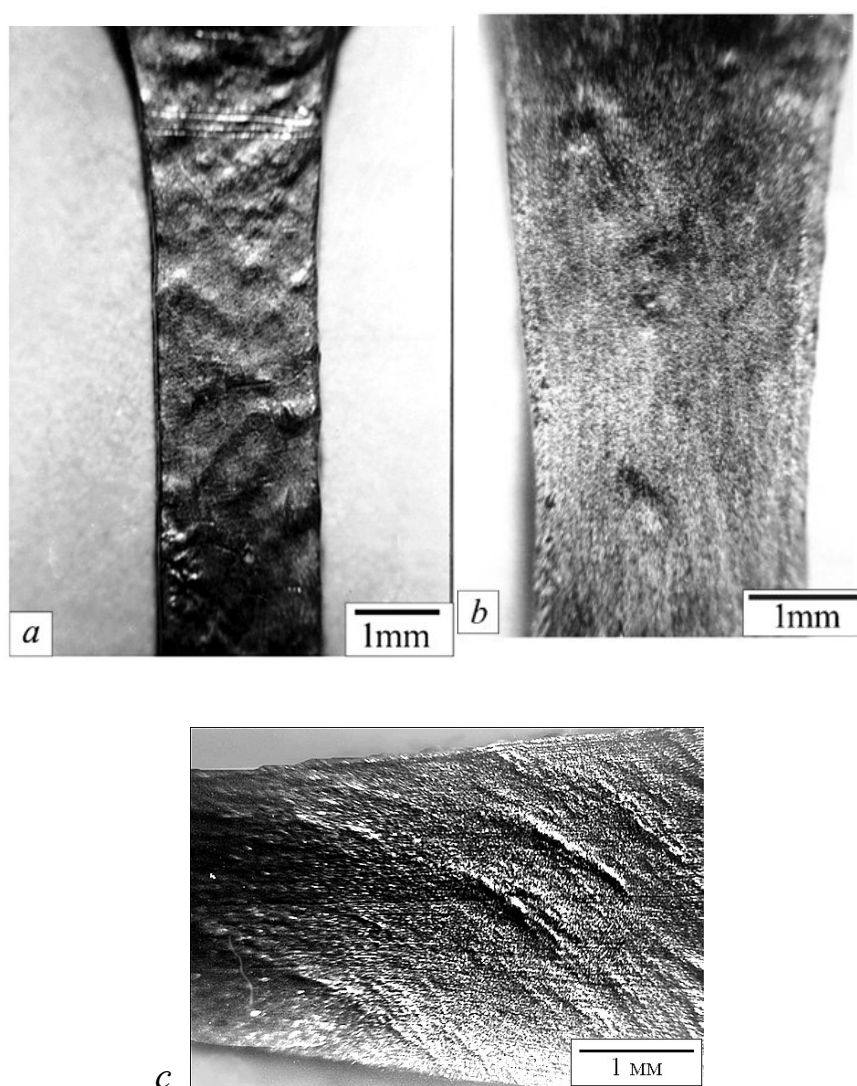


Рис. 3.3. Макрорельєф деформованого в умовах надпластичності зразка сплаву Sn-38мас.%Pb при відносних видовженнях $\approx 100\%$ (*a*) та $\approx 200\%$ (*b*, *c*). Напрямок розтягу: *a*, *b* – вертикальний; *c* – горизонтальний.

3.1.2. Результати електронної мікроскопії

Характер еволюції поверхневого рельєфу сплаву Sn-38 мас.% Pb після деформування в умовах надпластичності досліджували методом сканувальної електронної мікроскопії. Отримані мікрофотографії наведено на рис. 3.4–3.6. Дослідження проводили для двох рівнів прикладеного напруження $\sigma = 7.5$ МПа, оптимального для прояву ефекту надпластичності, та $\sigma = 3.3$ МПа, за якого сплав зберігає НП властивості.

Встановлено, що вже на початкових стадіях повзучості у межах локалізованих зон пластичної течії, описаних раніше в п. 3.1.1, виникають окремі ділянки інтенсивного переміщення матеріалу, морфологія яких відповідає ознакам в'язкопластичної деформації. Такі області чітко фіксуються на електронномікроскопічних зображеннях, наведених на рис. 3.4.

Подальше накопичення деформації супроводжується розвитком і укрупненням смуг локалізованої течії. За відносного видовження приблизно 200–250% деформаційний процес набуває вираженого фронтального характеру. У цей період поверхневий рельєф формується переважно за рахунок спрямованого переміщення значних об'ємів матеріалу. Одночасно відбувається суттєва перебудова зеренної структури: зерна витягуються вздовж осі розтягу, а на поверхні утворюється значна кількість довгих порожнин, орієнтованих паралельно напрямку деформації – рис. 3.5б.

У зоні локалізації деформації, де ступінь видовження досягає приблизно 600%, морфологія поверхні змінюється ще помітніше. Рельєф стає згладженим, із характерними ознаками інтенсивної течії матеріалу. Поверхня набуває вигляду, подібного до частково розплавленого середовища, тоді як видовжені дефекти пористості, характерні для попередніх стадій деформування, майже не спостерігаються – рис. 3.5в.

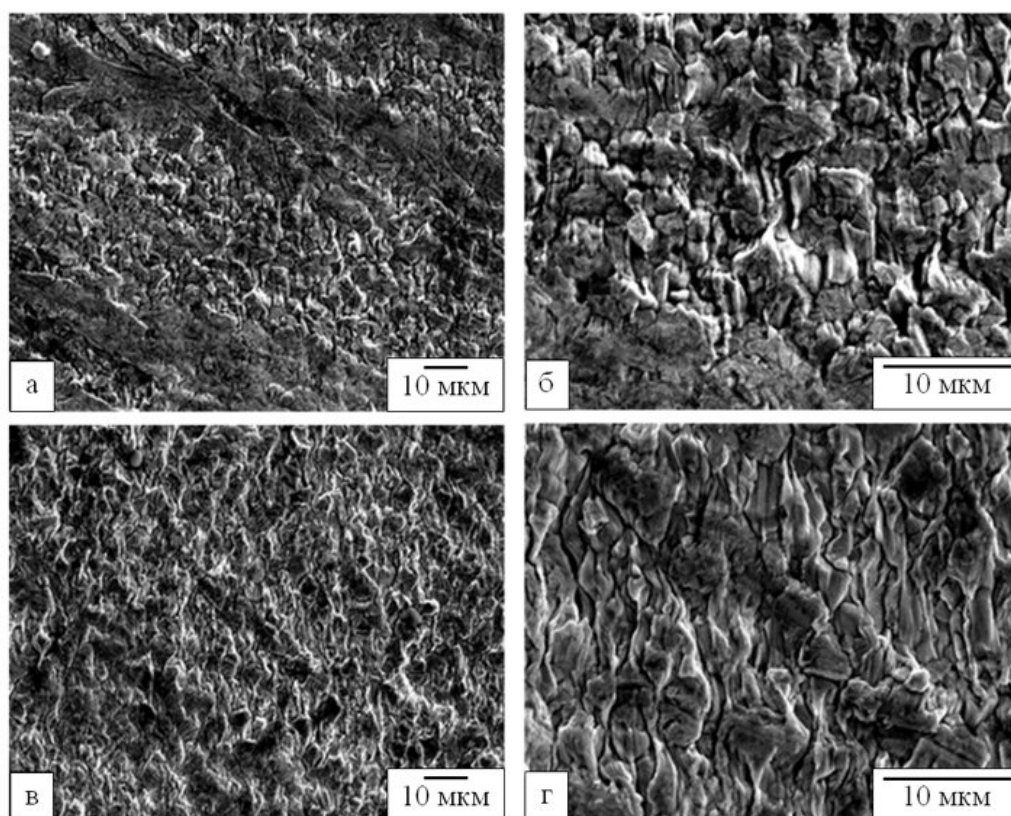


Рис. 3.4. Початкові стадії формування деформаційного рельєфу на поверхні сплаву Sn-38 мас.% Pb під час надпластичної течії. Відносне видовження: а, б – близько 30%; в, г – близько 100%. СЕМ зображення, режим вторинних електронів. Вертикальний напрямок відповідає осі розтягу.

За нижчого рівня напруження ($\sigma = 3.3$ МПа) морфологічні особливості поверхні мають інший характер. Конфігурація деформованих ділянок нагадує рельєф, типовий для в'язкої течії рідинних систем – рис. 3.6. Така подібність свідчить про можливу реалізацію механізму пластичної течії, близького до гідродинамічного.

Подібний режим деформації зазвичай пов'язують із колективною поведінкою дефектної підсистеми матеріалу. Насамперед ідеться про взаємодію великої кількості дислокацій, яка за певних умов може призводити до переходу від локальних механізмів пластичності до узгодженого переміщення значних об'ємів речовини. Імовірно, у дослідженому сплаві важливу роль у формуванні такого стану відіграють внутрішні напруження,

накопичені внаслідок попередньої деформації, а також структурні зміни, зумовлені розпадом пересиченого твердого розчину.

Виявлені закономірності протікання фазового перетворення у дослідженому сплаві подано в пункті 3.2. Водночас механізми виникнення та релаксації внутрішніх напружень потребують окремого аналізу, оскільки саме вони можуть бути одним із визначальних чинників реалізації надпластичної течії.

Додаткову інформацію щодо особливостей структурно-фазових змін у сплаві в умовах надпластичності отримано під час дослідження перехідних зон між робочою частиною зразків і їх головками. У цих областях виявлено численні мезоскопічні тріщини та несучільності, орієнтовані переважно впоперек осі розтягу – рис. 3.5а та 3.6а. У деяких випадках між берегами тріщин спостерігаються тонкі волокнисті перемички матеріалу. Їх форма та характер руйнування свідчать про надзвичайно низький опір течії в момент формування дефектів (див. вставку до рис. 5а). Отримані результати свідчать про суттєвий вплив напруженого стану на еволюцію структури та фазового складу сплаву в умовах надпластичної деформації.

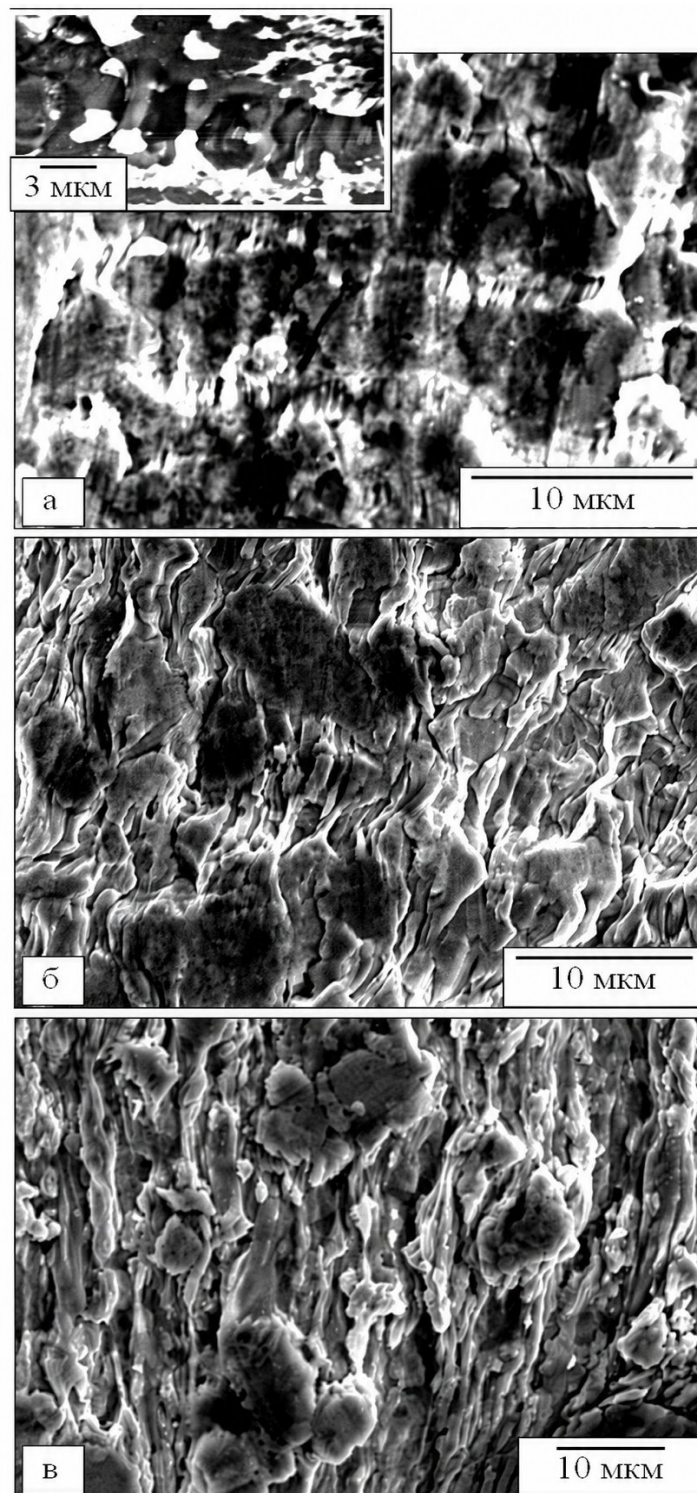


Рис. 3.5. Еволюція поверхневої морфології сплаву Sn-38мас.%Pb при надпластичному деформуванні за напруження $\sigma = 7.5$ МПа. СЕМ зображення. Режим вторинних електронів. Вставка – режим зворотно розсіяних електронів. Вертикальний напрямок відповідає осі розтягу.

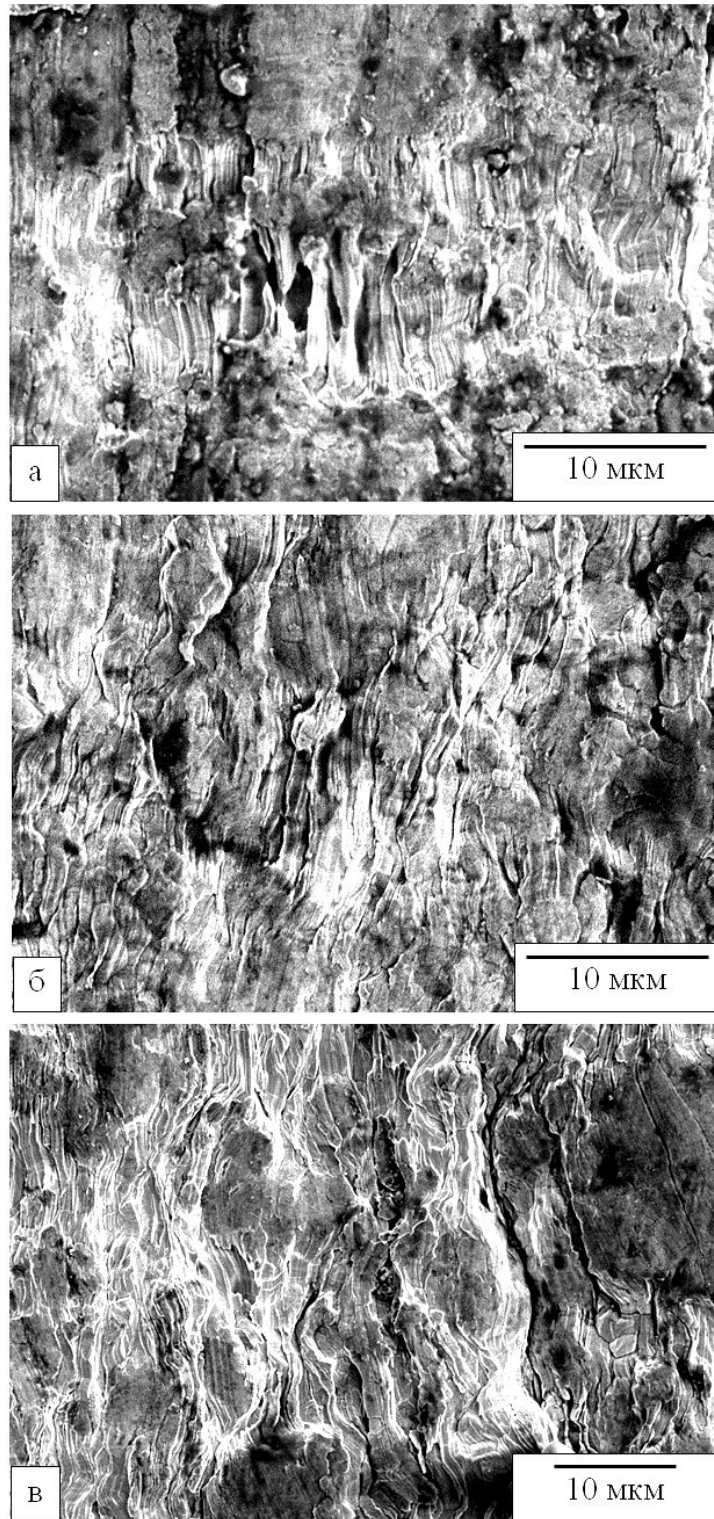


Рис. 3.6. Поверхневий рельєф різних ділянок зразка сплаву Sn-38мас.%Pb після деформації при $\sigma = 3.3$ МПа. СЕМ зображення, режим вторинних електронів.

3.2. Фазовий стан дослідженого сплаву Sn-38мас. %Pb і його зміни в умовах надпластичної деформації

Аналіз фазового стану дослідженого литого сплаву був проведений з урахуванням об'ємного співвідношення $\alpha(\text{Pb})$ - та $\beta(\text{Sn})$ -фаз (твердих розчинів на основі свинцю та олова відповідно), яке є рівноважним для кімнатної та евтектичної температур. Розрахунки цього співвідношення були зроблені раніше в роботі [29] на основі даних про розчинність компонентів у фазах, яку визначає діаграма стану системи Pb-Sn, і даних про рентгенівську густину фаз.

Діаграму стану системи Pb-Sn наведено на рис. 3.7.

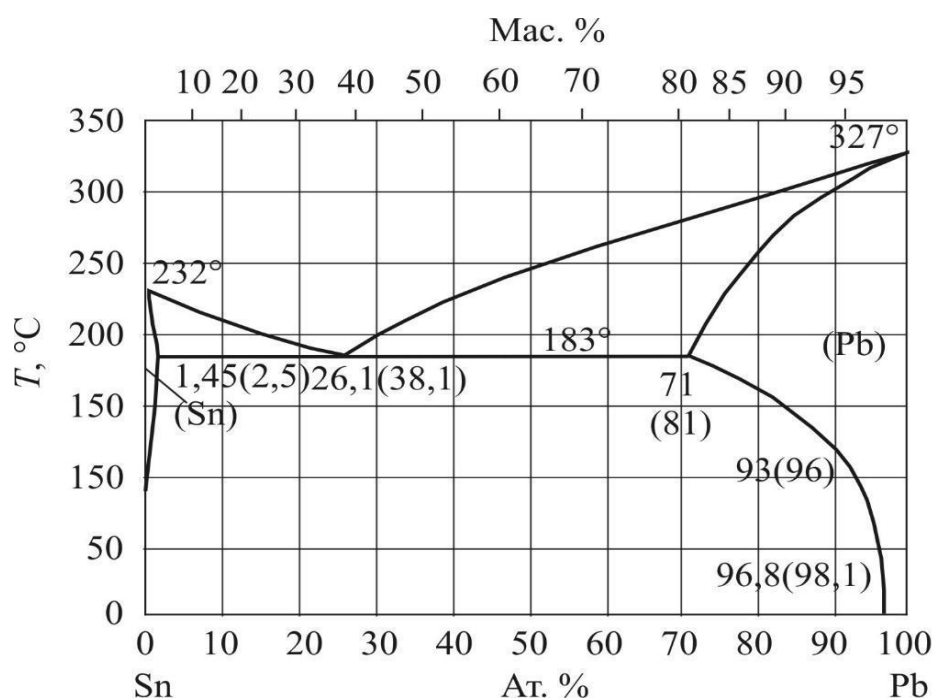


Рис. 3.7. Діаграма стану системи Pb-Sn [30]

Результати розрахунків подано в таблиці 3.1.

Аналіз литих зливків дозволив встановити наступне. Відношення $V_{\text{Sn}}/V_{\text{Pb}}$ у таких, що межують з підкладкою, приповерхневих шарах зразків становить $\approx 1.46:1$. У приповерхневих шарах з боку атмосфери таке відношення складає $\approx 1.08:1$. Ці дані не відповідають рівноважному співвідношенню фаз і свідчать про те, що за обраних умов кристалізації відносна кількість $\alpha(\text{Pb})$ -фази у

структурі сплаву перевищує її значення, які відповідають рівноважному стану і при кімнатній, і при евтектичній температурах.

Таблиця 3.1

Рентгенівська густина і об'ємне співвідношення $\alpha(\text{Pb})$ -фази і $\beta(\text{Sn})$ -фази у сплавi Sn-38мас.%Pb для рівноважних станів при температурах T [29]

$T, ^\circ\text{C}$	Концентрація елементів, %, (мас./ат.)				Рентгенівська густина фаз, г/см ³		$V_{\text{Sn}}/V_{\text{Pb}}$
	в $\alpha(\text{Pb})$ -фазі		в $\beta(\text{Sn})$ -фазі		$\alpha(\text{Pb})$ -фаза	$\beta(\text{Sn})$ -фаза	
	Pb	Sn	Pb	Sn	ρ^α	ρ^β	
22.5	98.1	1.9	0.35	99.65	11.2153	7.2914	2.45
	96.8	3.2	0.20	99.80			
183	81	19	2.5	97.5	10.1855	7.3411	1.67
	71	29	1.45	98.55			

Мікроструктуру сплаву у приповерхневих шарах литого зразка показано на рис. 3.8.

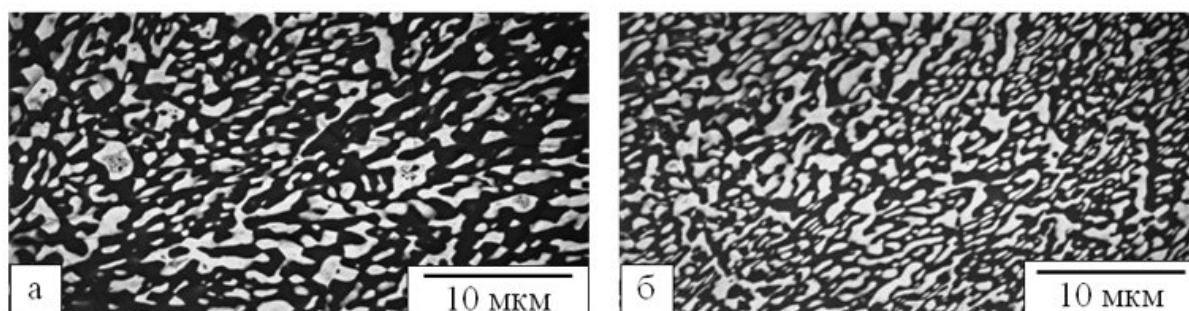


Рис. 3.8. Мікроструктура поверхонь зразка дослідженого литого сплаву Sn-38мас.%Pb: а – з боку підкладки; б – з боку атмосфери; Композиційний контраст: $\alpha(\text{Pb})$ -фаза – світле; $\beta(\text{Sn})$ -фаза – темне. СЕМ зображення, режим зворотно розсіяних електронів.

Виявлений надлишок $\alpha(\text{Pb})$ -фази в структурі сплаву у вихідному стані свідчить про те, що ця фаза, твердий розчин олова у свинці, є пересиченою. Маючи на увазі виявлене раніше протікання фазового перетворення у сплаві під впливом мікропластичної деформації, природно очікувати, що в умовах надпластичної деформації також відбувається фазове перетворення, а саме розпад пересиченого твердого розчину.

Згідно з літературними даними [31], рання стадія цього перетворення (стадія передвиділення) характеризується появою концентраційних неоднорідностей (зон Гінґс-Престона), дисперсних виділень нових фаз, локального ближнього порядку або ближнього розшарування у структурі матеріалу. Виявляти та досліджувати кінетику розвитку вказаних неоднорідностей можна за допомогою методів рентгенографічного аналізу. Такі неоднорідності спричинюються до появи дифузного фону розсіювання рентгенівського випромінювання, закономірності якого визначаються їх типом і характером розподілу. Методи рентгенографічного аналізу і були використані для вивчення розпаду пересичених твердих розчинів у сплаві $\text{Sn-38мас.\%Pb}$ у процесі НП течії.

На рис. 3.9 наведено рентгенограму зразка у вихідному стані, тобто після стиснення на $\approx 75\%$.

За обраних умов навантаження загальне видовження дослідженого зразка становило $\approx 510\%$. При цьому локальна деформація $\varepsilon_{\text{лок}}$ у ділянках робочої частини, розташованих поблизу головки зразка, складала десятки відсотків, а в зоні шийки – $\approx 1100\%$.

На рис. 3.10 та рис. 3.11 наведено рентгенограми, отримані від ділянок зразка з локальною деформацією $\approx 400\%$ і $\approx 800\%$.

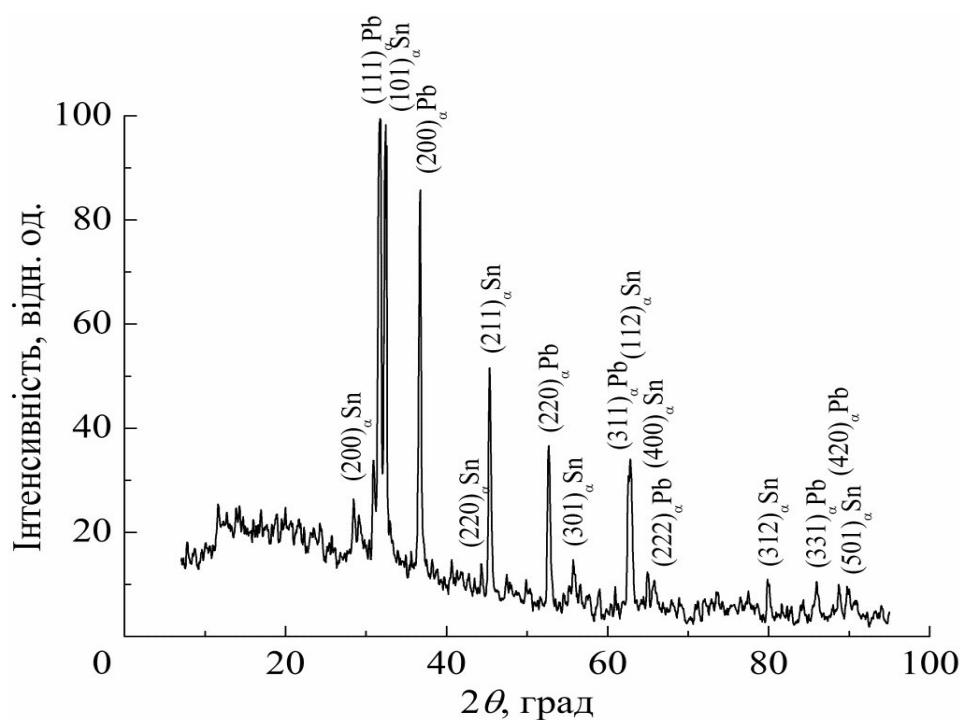


Рис. 3.9. Дифрактограма зразка сплаву Sn-38мас.%Pb, підготовленого до випробувань в умовах надпластичності.

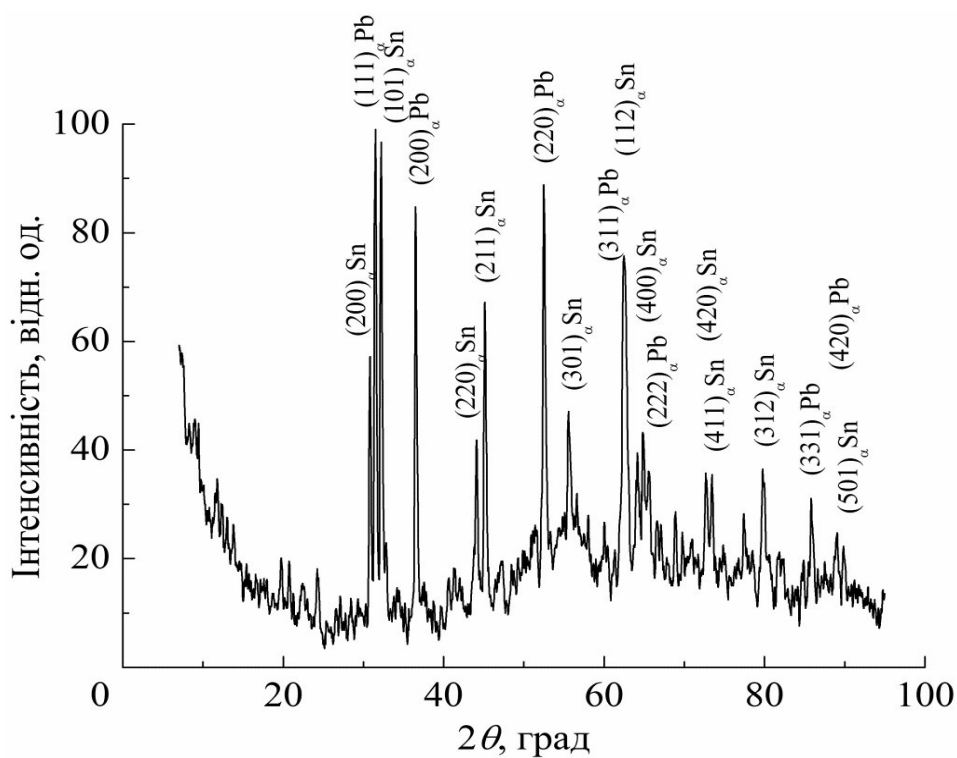


Рис. 3.10. Дифрактограма деформованого в умовах надпластичності зразка сплаву Sn-38мас.%Pb. $\epsilon_{\text{лок}} \approx 400\%$.

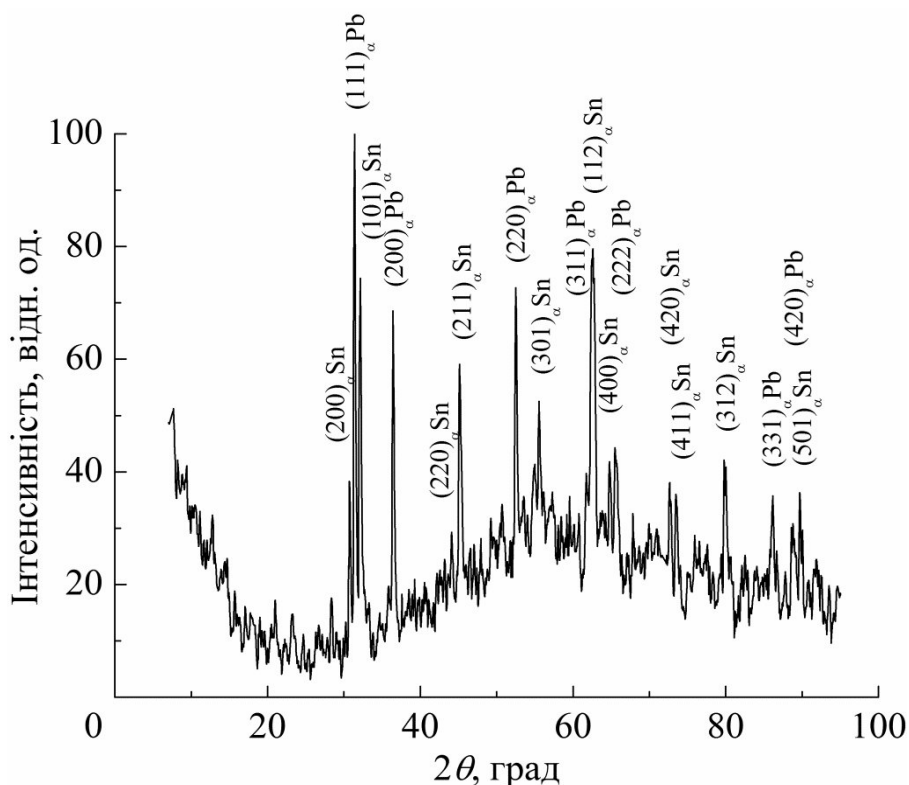


Рис. 3.11. Дифрактограма деформованого в умовах надпластичності зразка сплаву Sn-38мас.%Pb. $\varepsilon_{\text{лок}} \approx 800\%$.

Як видно з цих рисунків, в інтервалі кутів $2\theta \geq 30^\circ$, де проявляються бреггівські структурні максимуми, спостерігаються максимуми інтенсивності дифузного фону $I_{\text{диф}}$. При цьому інтенсивність дифузного розсіювання рентгенівського випромінювання зростає в процесі накопичення відносного видовження зразків. Зважаючи на вищезазначене, ці максимуми природно пов'язувати з протіканням початкових стадій розпаду пересичених твердих розчинів у сплаві. При цьому з літературних джерел відомо [32], що за різного типу ближнього впорядкування (виникнення ближнього порядку чи ближнього розшарування) кутова залежність інтенсивності дифузного фону $I_{\text{диф}}$ є різною. Це ілюструє рис. 3.12, на якому схематично показано розрахункові значення $I_{\text{диф}}$ при наявності ближнього порядку або ближнього розшарування у сплавах.

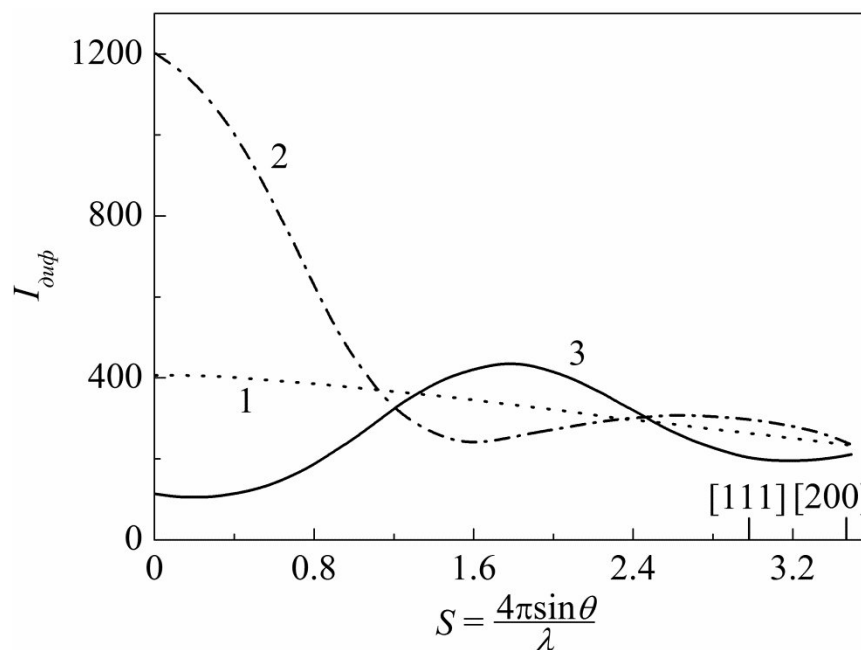


Рис. 3.12. Кутова залежність інтенсивності $I_{\text{диф}}$ дифузного розсіювання рентгенівського випромінювання для твердих розчинів, зумовлена: хаотичним розміщенням атомів (1); наявністю ближнього розшаруванням (2); наявністю ближнього порядку (3) [32].

Порівняння отриманих експериментальних даних з результатами теоретичних розрахунків дозволяє зробити висновок про те, що дифузне розсіювання рентгенівського випромінювання в дослідженому сплаві зумовлене виникненням в його структурі ділянок з ближнім розшаруванням в умовах НПД. Ці дані, таким чином, виявляють протікання розпаду пересичених твердих розчинів, ініційованого дією зовнішнього напруження в умовах надпластичності.

Про здійснення розпаду пересиченого твердого розчину свідчить і поява «розшарованих» зерен у структурі досліджених деформованих зразків. Мова йде про зерна, в яких чергуються ділянки обох фаз – рис. 3.13.

Слід зазначити, що, згідно з відомими літературними даними, така структура зерен свідчить про переривистий механізм розпаду.

Зазначимо також, що отримані експериментальні дані свідчать про дуже повільне протікання зазначеного фазового перетворення в умовах

надпластичності. Це пов'язано з наявністю внутрішніх напружень у сплаві, які є предметом окремих досліджень.

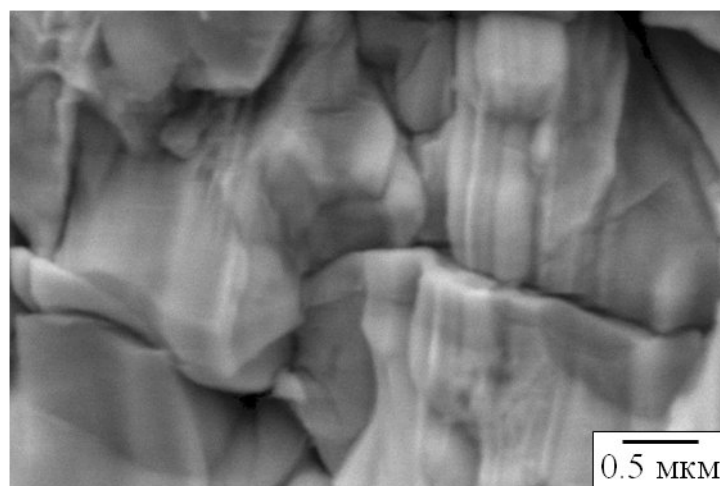


Рис. 3.13. Мікроструктура ділянки надпластично деформованого зразка сплаву Sn-38мас.%Pb. СЕМ зображення, режим зворотно розсіяних електронів. Композиційний контраст: світле – α (Pb)-фаза; темне – β (Sn)-фаза.

Важливим елементом дослідження стало також виявлення аморфізованих структурних складових у сплаві. На рентгенограмах попередньо деформованих зразків були зафіксовані дифузні максимуми розсіювання в області малих кутів, де відсутні характерні кристалічні рефлекси (див. рис. 3.13). Наявність таких аморфно-кристалічних прошарків на межах зерен розглядається як один із факторів, що сприяє реалізації в'язкого характеру течії під час надпластичної деформації, і в першу чергу, на її початкових стадіях.

ВИСНОВКИ

Виконані дослідження структурно-фазового стану евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb в умовах прояву ефекту надпластичності дозволяють зробити такі висновки.

1. Структурно-фазовий стан евтектичного сплаву Sn-38мас.%Pb, який формується в умовах швидкої кристалізації, що є необхідною передумовою для прояву ефекту надпластичності, характеризується відносною кількістю α (Pb)-фази (твердого розчину олова у свинці), яка перевищує її рівноважні значення і для кімнатної, і для евтектичної температур.
2. Надпластична течія сплаву Sn-38мас.%Pb реалізується на тлі розпаду пересиченого твердого розчину, кінетика якого є надзвичайно повільною. Це свідчить про наявність у сплаві внутрішніх пружних напружень, які гальмують здійснення розпаду.
3. У результаті взаємного впливу процесів деформації та розпаду пересиченого твердого розчину створюються умови для активного розвитку в'язкої дислокаційно-дифузійної неконсервативної течії, яка і є визначальним механізмом масопереносу у сплаві Sn-38мас.%Pb в умовах надпластичності.

Отримані наукові результати мають важливе значення для розвитку подальших більш глибоких уявлень про ефект надпластичності.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Kaibyshev O. A. Superplasticity of alloys, intermetallides and ceramics. – Berlin, Heidelberg: Springer, 1992. – 317 p.
2. Mukherjee A. K. Superplasticity in metals, ceramics and intermetallics. In: Materials Science and Technology. – New York: Wiley, 2006. – P. 408–456. <https://doi.org/10.1002/9783527603978.mst0056>.
3. Nieh T. G. Wadsworth J., Sherby O. D. Superplasticity in metals and ceramics. – Cambridge: Cambridge University Press, 2009. – 275 p. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511525230>.
4. Kawasaki M., Langdon T. G. Review: achieving superplastic properties in ultrafine-grained materials at high temperatures. – J. Mater. Sci., 2016, vol. 51. – P. 19–32. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9176-9>.
5. Padmanabhan K. A., S. Balasivanandha Prabu, Mulyukov R. R. [et al.] Superplasticity c Berlin: Heidelberg: Springer-Verlag, 2018. – 526 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0>.
6. Jittrapun Wongsan-Ngam and Terence G. Langdon. Advances in Superplasticity from a Laboratory Curiosity to the Development of a Superplastic Forming Industry. Metals 2022, 12(11), 1921. <https://doi.org/10.3390/met12111921>
7. I. E. Volokitina, Superplasticity of Metals in Modern Engineering and Technology, Progress in Physics of Metals, **25**, No. 3: 570–599 (2024). <https://doi.org/10.15407/ufm.25.03.570>
8. Valiev R. Z. Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation – Prog. Mater. Sci., 2000, vol. 45. – P. 103–189. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
9. Fabrication of bulk ultrafine-grained materials through intense plastic straining / P. B. Berbon, T. G. Langdon, N. K. Tsenev [et al.] // Metallurgical and materials transactions A. – 1998. – Vol. 29A. – P. 2237–2243.
10. Ashby M. F., Verrall R. A. Diffusion-accommodated flow and superplasticity. –Acta Metall., 1973, vol. 21, Iss. 2. – P. 149–163.

11. Pink E. Evidence for lattice-diffusion controlled superplasticity in a Sn-Pb-eutectic / E. Pink, R. Kutschej, H. P. Stüwe // *Scripta Metall.* – 1981. – Vol. 15. – P. 185–189. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(81\)90326-4](https://doi.org/10.1016/0036-9748(81)90326-4).
12. Hiroshi Masuda, Eiichi Sato. Diffusional and dislocation accommodation mechanisms in superplastic materials. *Acta Materialia* 197 (2020) 235–252. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.042>
13. Gifkins R. C. Grain boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity / R. C. Gifkins // *Metall. Trans.* – 1976. – Vol. 7A, Iss. 8. – P. 1225–1232.
14. Zizheng Song, Ranming Niu, Xiangyuan Cui, Elena V. Bobruk, Maxim Yu. Murashkin, Nariman A. Enikeev, Ji Gu, Min Song, Vijay Bhatia, Simon P. Ringer, Ruslan Z. Valiev, Xiaozhou Liao. Mechanism of room-temperature superplasticity in ultrafine-grained Al–Zn alloys. *Acta Materialia*, Volume 246, 2023, 118671. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.118671>
15. Guo-tong ZOU, Shi-jie CHEN, Ya-qi XU, Bao-kun SHEN, Yu- ZHANG, Ling-ying YE. Microstructural evolution and deformation mechanisms of superplastic aluminium alloys: A review. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* Volume, 34, Issue 10, October 2024, Pages 3069-3092. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(24\)66596-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(24)66596-9)
16. Kawasaki M. Superplasticity in nanostructured materials // *Nanomaterials.* – 2020. – Vol. 10, № 12. – 2560. DOI: 10.3390/nano10122560.
17. Astanin V. V. Cooperative grain boundary sliding and superplastic flow nature / V. V. Astanin, O. A. Kaibyshev // *Mater. Sci. Forum.* – 1994. – Vol. 170–172. – P. 23–28.
18. Zelin M. G. Cooperative phenomena at grain boundaries during superplastic flow / M. G. Zelin, A. K. Mukherjee // *Acta metall. mater.* – 1995. – Vol. 43, Iss. 6. – P. 2359–2372.
19. Pearson C. E. The viscous properties of extruded eutectic alloys of lead-tin and bismuth-tin / C. E. Pearson // *J. Inst. Metals.* – 1934. – Vol. 54. – P. 111–124.

20. Ahmed M. M. J. Exceptional ductility in the superplastic Pb-62%Sn eutectic / M. M. J. Ahmed, T. G. Langdon // *Metall. Trans.* – 1977. – Vol. 84, Iss. 11. – P. 1832–1833.
21. Ahmed M. M. I. Ductility of the superplastic Pb-Sn eutectic at room temperature / M. M. I. Ahmed, T. G. Langdon // *J. Mater. Sci. Lett.* – 1983. – Vol. 2, Iss. 2. – P. 59–62.
22. Soliman M. S. Superplastic characteristics of the Pb-62%Sn eutectic alloy at room temperature / M. S. Soliman // *Scripta Metallurgica et Materialia.* – 1994. – Vol. 31, Iss. 4. – P. 439–444.
23. Kawasaki M. Constructing a deformation mechanism map for a superplastic Pb-Sn alloy processed by equal-channel angular pressing / M. Kawasaki, S. Lee, T. G. Langdon // *Scripta Mater.* – 2009. – Vol. 61. – P. 963–966. <https://doi.org/doi:10.1016/j.scriptamat.2009.08.001>.
24. Lugon L. V. Tensile behavior of the eutectic Pb-Sn processed by ECAP and rolling / L. V. Lugon, R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin // *J. Mater. Res. Technol.* – 2014. – Vol. 3, Iss. 4. – P. 327–330.
25. The direct observation of cooperative grain-boundary sliding and migration during superplastic deformation of lead-tin eutectic in shear / M. G. Zelin, M. R. Dunlap, R. Rosen, A. K. Mukherjee // *J. Appl. Phys.* – 1993. – Vol. 74, Iss. 8. – P. 4972–4981.
26. Коршак В. Ф. Структурно-фазовая релаксация в сверхпластичном эвтектическом сплаве Sn-38вес.%Pb / В. Ф. Коршак, Ю. А. Шаповалов, Н. Н. Васеленко // *МНТ.* – 2015. – Т. 37, № 12. – С. 1633–1642.
27. Аржавитин В. М. Упругое и неупругое поведение сверхпластичного сплава Pb-62%Sn в условиях внешнего циклического нагружения / В. М. Аржавитин, В. Ф. Коршак // *МНТ.* – 2001. – Т. 23, № 11. – С. 1525–1530.
28. Korshak V. F. Change in elastic properties of eutectic alloys under conditions of superplastic deformation / V. F. Korshak, Yu. O. Shapovalov, P. V. Mateychenko // *J. Mater. Sci.* – 2018. – Vol. 53. – P. 8590–8603. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2163-1>.

29. Коршак В. Ф. Фазовые напряжения как причина торможения распада метастабильного состояния в сверхпластичных эвтектических сплавах / В. Ф. Коршак // – МНТ. – 2017. – Т. 39, № 6. – С. 839–854.
30. Hansen M. Constitution of Binary Alloys. 2nd ed. / M. Hansen, K. Anderko. – New York: McGraw-Hill, 1958. – 1305 p.
31. Чуистов К. В. Старение металлических сплавов / К. В. Чуистов. – К.: Наукова думка, 1985. – 232 с.
32. Flinn P. A. The interpretation of diffuse X-ray scattering from powder patterns of solid solutions / P. A. Flinn, B. L. Averbach, P. S. Rudman // Acta Crystallographica. – 1954. – Vol. 7. – P. 153–158.