

И. И. ВИШНЕВСКИЙ, Н. Д. ТАЛЫНСКАЯ, И. Л. БОЯРИНА

ИЗМЕНЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КОРУНДА В ПРОЦЕССЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПОЛЗУЧЕСТИ

(Представлено академиком В. С. Соболевым 20 IV 1971)

Наиболее распространенным методом обработки результатов измерений при исследовании ползучести (деформационного течения во времени) является анализ зависимостей стационарной скорости деформации от температуры и напряжения. Полученная таким путем информация позволяет судить о механизмах, контролирующих ползучесть. Однако интерпретация опытных данных существенно осложняется отклонением структурного состояния материала от исходного. В настоящей работе с помощью оптической микроскопии изучено изменение поликристаллической структуры корундовых образцов, испытанных на ползучесть при высокой температуре.

Образцы готовили методом шликерного литья из водных суспензий глинозема, содержащего $\geq 99,8\%$ Al_2O_3 с добавкой 0,1 вес.% MgO ⁽¹⁾. Окончательно их обжигали в вакуумной печи при 1900°C с выдержкой 15 час. Полученный таким образом материал имел практически нулевую открытую пористость и объемный вес $3,97\text{ г/см}^3$ ($99,5\%$ теоретической плотности). Деформирование при температурах $1300\text{--}1800^\circ\text{C}$ осуществляли на установке ⁽²⁾ в вакууме $(2\text{--}5) \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. методом четырехточечного изгиба образцов в виде прямоугольных призм $5 \times 8 \times 90\text{ мм}^3$ при высоких напряжениях $\sigma \sim 10^{-4} E$ (E — модуль нормальной упругости). Предварительно образцы шлифовали (непараллельность противоположных граней не более 0,03 мм) и полировали на стекле алмазным порошком с водой. После такой обработки шероховатость поверхности не превышала 0,05 мкм. Для проявления поликристаллической структуры образцы подвергали вакуумному травлению при 1500°C в течение 1 часа. Микрофотографии в отраженном свете получены на микроскопе МИМ-8. Средний размер зерен, определенный методом линейных сечений, оказался равным $\sim 26\text{ мкм}$.

Характерная микроструктура образцов по деформации показана на рис. 1а. Видны почти изометричные зерна, границы которых в большинстве случаев слабо изогнуты. Поры имеют размеры $(2\text{--}4) \cdot 10^{-4}\text{ см}$ и расположены равномерно по площади внутри и на границах зерен **.

После испытания на ползучесть в течение 27 час. при 1400°C и напряжении 500 кг/см^2 (суммарная деформация $\varepsilon \simeq 6,0 \cdot 10^{-4}$) поры практически полностью исчезают (рис. 1б). Наиболее вероятным механизмом образования беспористой структуры является диффузионное растворение пор в стоках бесконечной мощности под действием внешнего напряжения σ , значительно превышающего лапласовское давление P : $\sigma \simeq 5 \cdot 10^8\text{ дн/см}^2$; $P \simeq 2\alpha/r \simeq 10^7\text{ дн/см}^2$ ($\alpha \simeq 10^3\text{ дн/см}^2$ — поверхностное натяжение на границе корунд — вакуум, r — радиус поры) ⁽³⁾. Стоками для вакансий

* Профилограммы сняты Ю. П. Баранником.

** Россыпи мелких темных пятен на поверхности не являются порами. Они образуются на полированной поверхности при длительном пребывании на воздухе и исчезают после нагрева до 1300°C (возможно, и ранее). Их природа нами пока не установлена.

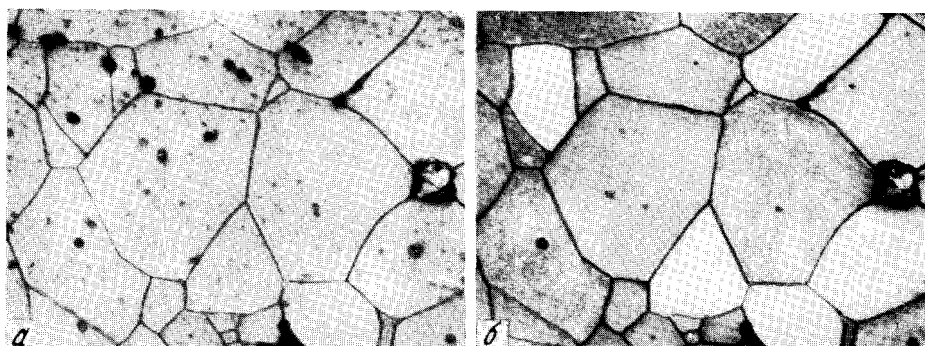


Рис. 1. Микроструктура образца корунда до (а) и после (б) ползучести при $T = 1400^{\circ}\text{C}$ и $\sigma = 500 \text{ кг/см}^2$. Торец $500\times$

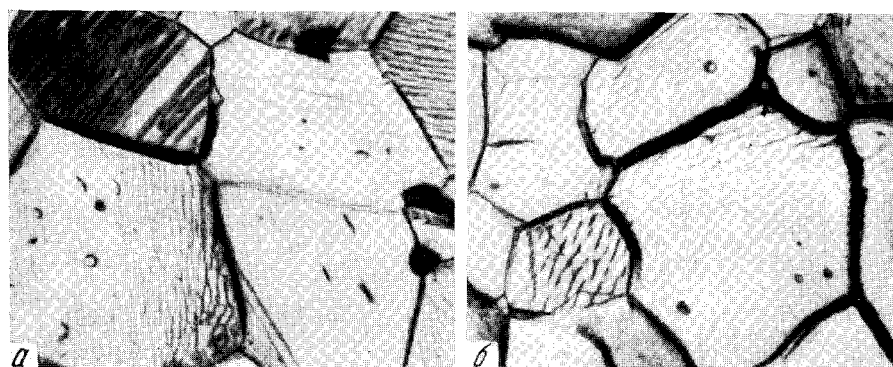


Рис. 2. Полосы грубого скольжения, возникшие после ползучести при $T = 1800^{\circ}\text{C}$ и $\sigma = 150 \text{ кг/см}^2$: а — торец, б — плоскость растяжения; $500\times$

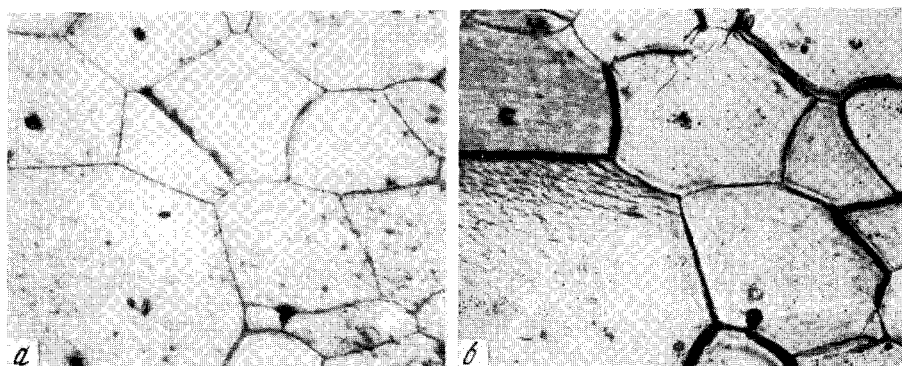


Рис. 3. Процессы перекристаллизации: а — исходное состояние, б — после ползучести при $T = 1800^{\circ}\text{C}$ и $\sigma = 150 \text{ кг/см}^2$; $500\times$



Рис. 2.

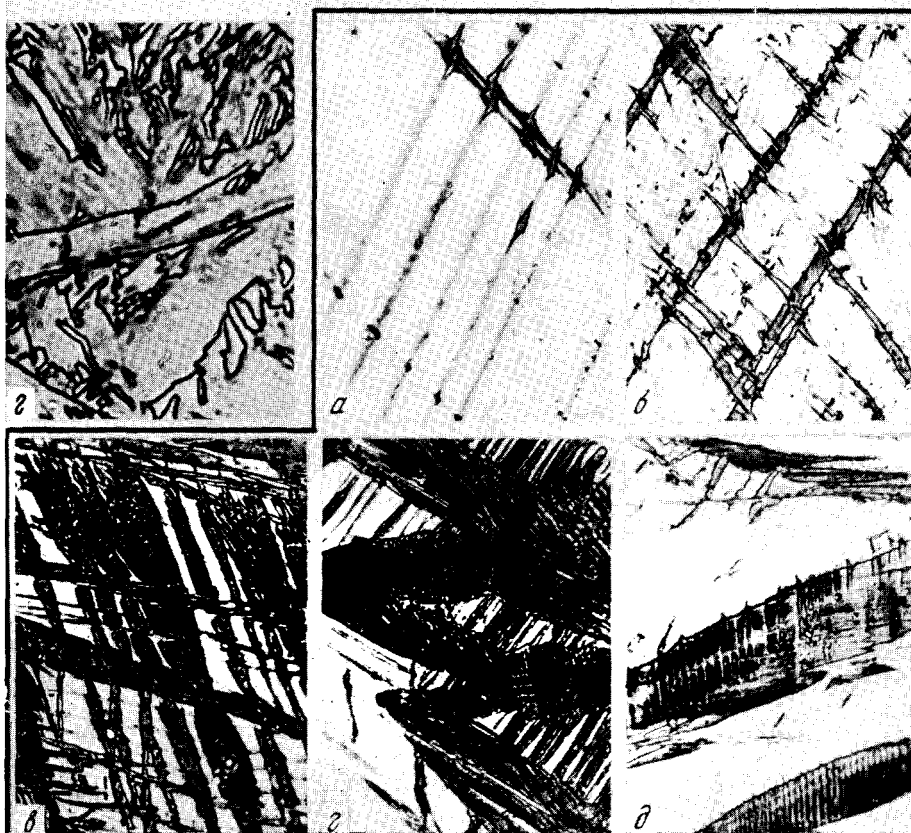


Рис. 3

Рис. 2. Микроструктура мартенсита деформации в сплавах Fe — Ni различной устойчивости, испытанных до разрыва при -196°C : а — Н33, 600 $\times$; б — Н34, 600 $\times$; в — Н36, 600 $\times$; г — Н36, 1500 $\times$

Рис. 3. Формирование мартенсита деформации (а, б) и конечная структура (в, г, д) сплава 25Н33, испытанного при -196°C . а — деформация 3%; б — деформация 4,8%; г — деформация 15%; в, д, е — деформация до разрыва. 600 $\times$

в данном случае могут служить не только границы зерен, но и возникающие при деформировании краевые дислокации, плотность которых $\rho \approx (Rb)^{-1}$ (⁴), где R — радиус изгиба зерна, b — вектор Бюргерса. Для наших образцов $R \simeq 10$ см, $b \simeq 10^{-7}$ см и $\rho \simeq 10^8$ см⁻²; тогда расстояние между дислокациями $\lambda = \rho^{-1/2} \simeq 10^{-3}$ см, что сравнимо с величиной диффузионного пути пора — граница *.

При сравнении рис. 1а и 1б обнаруживается изменение отражающей способности зерен. Посветление некоторых зерен связано, по-видимому, с поворотом в плоскости шлифа вследствие деформации. Легко убедиться, что изгиб образца в описанных условиях не сопровождается проскальзыванием одного кристаллита относительно другого.

Отмеченные особенности структуры сохраняются после дальнейшего испытания при том же напряжении и температуре 1500° С.

Деформирование при температурах 1700 и 1800° С приводит к образованию сложного микрорельефа поверхности в связи с интенсивным развитием процессов грубого скольжения в зернах. В качестве примера на рис. 2 приведены фотографии поверхности образца, изогнутого в течение 26 мин. при 1800° С и напряжении 150 кг/см² ($\varepsilon \simeq 7 \cdot 10^{-3}$). Необходимо отметить появление двух видов полос скольжения — прямолинейных и волнистых. Прямолинейные полосы, характерные для однородного сдвига (так называемое трансляционное скольжение), в некоторых случаях прерываются, образуя штриховой узор. Расстояние между полосами составляет $(1-4) \cdot 10^{-4}$ см. В корунде, обладающем гексагональной решеткой, пластическая деформация осуществляется сдвигом вдоль плоскостей (11 $\bar{2}$ 0) призмы в направлении $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ (⁵). Однако в ряде зерен видны линии скольжения, идущие в разных направлениях, что свидетельствует об усилении множественного скольжения по вторичным системам. Одновременный сдвиг по нескольким системам в различных кристаллографических плоскостях, но при сохранении общего направления скольжения может вызвать значительное искривление полос, что и приводит к появлению волнистой структуры.

В области исследованных температур ползучесть корунда с постоянной скоростью осуществляется диффузионно-вязким течением, если средний размер зерен не превышает 50 м (^{6, 7}). Тем не менее приведенные данные указывают на вклад в ползучесть пластической деформации, скорее всего, на неустановившейся стадии.

Изменение структуры деформируемых образцов при высоких температурах обязано также двум противоположным процессам — дроблению зерен (образование блоков) и рекристаллизации. Указанные явления непосредственно определяют величину пути диффузионных перемещений и, тем самым, кинетику ползучести. На рис. 2б отчетливо видны зерна, в которых образовались блоки, разделенные тонкими границами, сходящимися под углом 120°. Сравнение исходных и деформированных образцов при увеличении 200× показало, что число раздробившихся зерен достигает 20—30%.

Одновременно с образованием субструктуры идет перекристаллизация — рост одних зерен за счет других. Заметное движение границ зерен отмечается уже при 1600° С и выдержке под нагрузкой 2—3 час., но особенно эффективно процесс развивается при 1800° С. На рис. 3 представлены фотографии одного и того же участка образца до и после деформации при напряжении 150 кг/см². Поскольку исходное состояние достигнуто при обжиге на 1900° С и гораздо более длительной выдержке, наблюдаемые изменения формы и размеров зерен обусловлены внутренними напряжениями, возникающими при изотермической ползучести.

Характерно, что наряду с новыми границами зерен сохраняются канавки травления, соответствующие старым и промежуточным положе-

* Указано Я. Е. Гегузиным.

ниям границ. Это позволяет заметить, что перемещение границ происходит как непрерывно, так и скачкообразно. В последнем случае продвижение фронта рекристаллизации отмечено рядом последовательных положений мигрирующей границы. Расстояние между двумя соседними линиями фронта составляет около 10^3 периодов кристаллической решетки, а средняя линейная скорость передвижения (0,01—0,02) мм/час. Можно полагать, что перманентное передвижение границы контролируется диффузионным обменом атомов между соседними зернами, а скачки осуществляются путем преодоления энергетических барьеров, связанных с кристаллографической переориентацией части «поедаемого» зерна. Аналогичные явления ранее наблюдались на металлах, но скорость рекристаллизации в них на порядок выше (⁵).

В условиях проведения испытаний линейные границы оказываются неравновесными и при перекристаллизации искривляются. Нами не отмечено преимущественного движения границ определенной кривизны, хотя возможно, что миграция выпуклой границы оказывается более предпочтительной.

Авторы выражают признательность Л. И. Карякину и Н. В. Гулько за обсуждение результатов.

Украинский научно-исследовательский
институт огнеупоров
Харьков

Поступило
16 IV 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ Э. В. Дегтярева, Неорганические материалы, 1, 281 (1965). ² Е. И. Аксельрод, И. И. Вишневский и др., Зав. лаб., 37, 100 (1971). ³ Я. Е. Гегузин, Физика спекания, «Наука», 1967. ⁴ А. Х. Коттрелл, Дислокации и пластическое течение, М., 1958. ⁵ М. В. Классен-Неклюдова, Н. Ю. Икорникова, Г. Е. Томиловский, Тр. инст. кристаллографии, в. 8 (1953). ⁶ R. C. Folweiler, J. Appl. Phys., 32, 773 (1961). ⁷ S. I. Warshaw, F. H. Norton, J. Am. Ceram. Soc., 45, 479 (1962). ⁸ М. Г. Позинский, Строение и свойства металлов и сплавов при высоких температурах, М., 1963.