

PACS numbers: 61.05.cp, 61.72.Ff, 61.72.Hh, 62.20.Hg, 62.40.+i, 81.40.Jj, 81.40.Lm

Физика микротекучести магниевых сплавов с титаном

В. Г. Ткаченко^{*}, К. Ч. Ким^{**}, Б. Г. Мун^{**}, А. И. Дехтяр^{***},
О. П. Карасевская^{***}, А. С. Вовчок^{*}

**Центр электронного материаловедения и прикладных проблем
авиакосмической техники,
ул. Кржижановского, 3,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

***Корейский институт материаловедения,
Ченгвон, Гьенгнэн, 641–831,
531 Ченгвондаэро, Республика Корея*

****Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Размягчающий эффект зернограничного скольжения (ЗГС) в ГПУ α -Mg поликристаллической матрице магниевых сплавов возникает в области температур и напряжений, соответствующих режимам эксплуатации автомобильного транспорта. Более того, распад пересыщенного α -Mg твердого раствора сопровождается появлением нестабильной в условиях ползучести микроструктуры. Эти два основных эффекта в значительной степени снижают сопротивление микротекучести и полезную длительную прочность Mg–Al–Mn- и Mg–Al–Zn-систем магниевых сплавов. По данным о внутреннем трении введение Са подавляет ЗГС, способствуя зернограничному упрочнению Mg–Al–Ca-сплавов. Введение малых добавок Ti (0,1–0,2%) вызывает значительное твердорастворное упрочнение из-за эффективного торможения подвижных дислокаций атмосферами Коттрелла с энергией связи 0,27 эВ. Идея динамического самоупрочнения подтверждается также данными прецизионной рентгеновской дифрактометрии. Высокое сопротивление микротекучести и полезная длительная прочность новых экспериментальных сплавов системы Mg–Al–Ca, Ti объясняются минимизацией эффектов возврата и разупрочнения при повышенных температурах за счет термической стабилизации фазового состава и концентрации твердого раствора. Термически активированная дислокационная релаксация, аккомодированная диффузией конкурирующих легирующих элементов (Al, Ca, Ti), рассматривается как доминирующий (контролируемый скоростью) механизм микротекучести. Его активация существенно (на 150–200°C) повышает жаропрочность новых

экспериментальных сплавов.

Ефект зерномежового ковзання (ЗМК), що викликає знеміцнення, в ГЩУ α -Mg полікристалічній матриці магнійових стопів виникає за температур і напружень, які відповідають режимам експлуатації автомобільного транспорту. Більш того, розпад перенасиченого твердого розчину супроводжується появою нестабільної в умовах плазучості мікроструктури. Ці два основних ефекти в значній мірі знижують опір мікроплинності і корисну довготривалу міцність Mg–Al–Mn- і Mg–Al–Zn-систем магнійових стопів. За даними про внутрішнє тертя додавання Ca пригнічує ЗМК, що сприяє зерномежовому зміцненню Mg–Al–Ca-стопів. Втілення малих добавок Ti (0,1–0,2%) викликає значне твердорозчинне зміцнення через ефективне гальмування рухомих дислокацій Коттрелловими атмосферами з енергією зв'язку у 0,27 еВ. Ідея динамічного самозміцнення підтверджується також даними прецизійної Рентгенової дифрактометрії. Великий опір мікроплинності і корисна довготривала міцність нових експериментальних стопів системи Mg–Al–Ca, Ti пояснюються зведенням до мінімуму ефектів повернення та знеміцнення за рахунок термічної стабілізації фазового складу і концентрації твердого розчину. Термічно активована дислокаційна релаксація, яку акомодовано дифузією конкурувальних легувальних елементів (Al, Ca, Ti), розглядається як доміантний (контрольований швидкістю) механізм мікроплинності. Його активація суттєво (на 150–200°C) підвищує жароміцність нових експериментальних стопів.

Softening effect of grain-boundary sliding (GBS) in h.c.p. α -Mg polycrystals arises in the stress–temperature ranges of interest for automotive applications. Furthermore, decomposition of the oversaturated α -Mg solid solution is accompanied by apparition of a microstructure, which is unstable during a creep. These two main effects deteriorate most likely the microyield resistance and long-term strength of magnesium alloys of Mg–Al–Mn and Mg–Al–Zn systems. According to the data of internal-friction measurements, the introduction of Ca suppresses GBS that gives rise to the GB strengthening of the ternary Mg–Al–Ca system. An introduction of small additions of Ti (about 0.1–0.2%) causes significant solid-solution strengthening due to solute-atmosphere retardation of moving dislocations by the Cottrell mechanism with binding energy of about 0.27 eV. The idea of dynamical self-strengthening of α -Mg matrix during the creep is also supported by precise x-ray diffractometry. As deduced, observed high microyield resistance and excellent long-term strength of the magnesium alloys of Mg–Al–Ca system containing inexpensive additions of Ti are due to minimizing recovery and softening effects at elevated temperatures at the expense of thermal phase-composition and concentration stabilization of α -Mg solid solution. Thermally-activated dislocation relaxation accommodated by the diffusion of alloying elements (Al, Ca, Ti in their best combination) should be considered as dominant (rate-controlled) microyield mechanism, which provides creep strain rate of 10^{-9} – 10^{-10} s⁻¹. Its activation increases essentially (by 150–200°C) the heat resistivity of new experimental alloys.

Ключевые слова: микротекучесть, торможение подвижных дислокаций, магниевый сплав, титан, длительная прочность.

(Получено 26 января 2010 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Считается, что металлические материалы во время длительной эксплуатации могут разрушаться при напряжениях, значительно более низких по сравнению с напряжениями, измеренными в процессе кратковременных испытаний (на растяжение). Этот эффект, вызванный микротекучестью и медленным ростом субмикротрещин, приводит к деградации прочности с увеличением времени постоянного напряжения.

Теория модели долговечности, разработанная с позиций физики и механики разрушения [1–4], рассматривает сопротивление разрушению как основной критерий для описания длительного воздействия температур и нагружения на механические свойства металлов и сплавов. Физические представления о механизме термически активированного разрушения сформулированы в работах [5, 6]. При исследовании локальных перенапряжений дефектных структур металлов установлен закон равенства энергий активации движения дислокаций на стадиях микротекучести, предшествующей и сопутствующей задержанному (термически активируемому) разрушению. Он открывает новые возможности для синтеза представлений в области физики и механики длительной прочности. Однако для научных целей и новых областей применения более важными становятся оценки и сравнение характеристик сопротивления микротекучести металлов и сплавов, а также размерная стабилизация изготовленных из них изделий. В соответствии с развиваемой концепцией полезной длительной прочности [7] сопротивление микротекучести (до заданного критического уровня и пластической неустойчивости) выделяется как основной критерий для оценки полезных длительных свойств, исключаящий не только ускоренную стадию ползучести (зарождение и распространение субкритических микротрещин), но также контролируемое диффузией и замедленное при повышенных температурах и длительных нагрузках окончательное разрушение.

Решение проблемы повышения термической стабильности многокомпонентных сплавов подразумевает термическую стабилизацию фазового состава, концентрации твердого раствора, вакансионно-дислокационной структуры, а также релаксацию остаточных упругих напряжений. Считается, что для того чтобы получить сплавы с высокими длительными свойствами при повышенных температурах необходимо вызвать образование упрочняющих (термодинамически стабильных фаз) в процессе распада (их выделения) и стабилизировать структуру твердого раствора матрицы. Иными словами, сочетание твердорастворного и зернограничного механиз-

мов упрочнения способствуют эффективному улучшению сопротивления микротекучности и длительной прочности. При этом легирование более тугоплавкими элементами с крайне ограниченной взаимной растворимостью открывает новые перспективы для повышения этих характеристик при гораздо более высоких рабочих температурах и напряжениях в процессе эксплуатации.

До настоящего времени очень мало фундаментальных исследований дислокационной структуры литых (под давлением) магниевых сплавов с ГПУ-решеткой, а также динамики взаимодействия подвижных дислокаций с легирующими элементами и примесными атомами (внедрения и замещения) в неидеальных твердых растворах этих систем сплавов [8]. В периодической литературе нет полного соответствия между диффузионными параметрами легирующих элементов (ЛЭ) в твердых растворах с крайне предельной ограниченной растворимостью компонентов и скоростью ползучести микротекучности $\dot{\epsilon}_p$. Необходимо учитывать, что диффузия не является неотъемлемой составной частью механизма высокотемпературной ползучести [9] и, кроме того, по значениям энергии активации (ЭА) диффузии в твердых растворах нельзя однозначно судить о концентрационной зависимости ЭА ползучести [10]. Плотность и распределение дефектов (дислокаций), образующихся в кристаллах при их зарождении из расплава, существенно зависят от скорости перемещения фронта кристаллизации и атомного механизма [8]. Тем не менее, точное математическое описание кристаллизации ограничивается рядом упрощений физической картины этого процесса из-за отсутствия сведений о его деталях.

Основной целью настоящей работы является выявление дислокационной структуры в литых магниевых сплавах системы Mg–Al–Ca и исследование динамики ее взаимодействия с другими структурными дефектами при дополнительном легировании этой матрицы наиболее перспективными легирующими элементами, особенно титаном [1]. Для лучшего понимания контролируемых механизмов, ответственных за сопротивление микротекучности и повышение длительной прочности в практически важном интервале температур и напряжений (150°C и 70 МПа) магниевые сплавы, легированные титаном, сравниваются с другими новыми экспериментальными сплавами.

В отличие от приближения континуума, микроскопический подход оказывается более перспективным, в частности, для изучения различных структур затвердевания с учетом атомного механизма диффузии и кинетики поверхности [11].

2. МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Испытания на ползучесть и длительную прочность были проведены

по стандартной методике (ГОСТ 3248-81).

Исследование структурных и фазовых превращений в процессе ползучести были выполнены методами прецизионной рентгеновской дифрактометрии с использованием стандартного метода « $\theta-2\theta$ » сканирования на дифрактометре ДРОН-3М, снабженном графитовым монохроматором для исключения расходимости рентгеновского пучка. Рентгеновские картины дифракции были сняты вдоль образующей и в поперечном сечении. Методики обработки экспериментальных данных для прецизионного рентгеновского анализа приведены в работах [12, 13]. Фазовый состав был изучен с использованием рентгеноструктурного анализа, сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсной рентгеновской спектроскопии.

При помощи соответствующих методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии были определены наночастицы размером вплоть до 5 нм. В работе представлены картины электронной дифракции некоторых из них.

Измерения параметров внутреннего трения, Q^{-1} были проведены на установке типа обратного крутильного маятника в режиме свободно затухающих крутильных колебаний образца диаметром 1 мм и длиной 60 мм. После предварительной химико-механической обработки на глубину 0,1 мм для устранения дефектов электроискровой резки образцы нагревали с постоянной скоростью (5°С/мин.), контролируемой высокоточным автоматическим регулятором температуры ($\pm 0,1^\circ\text{C}$). Низкочастотный обратный крутильный маятник ($f = 1-3$ Гц) обладает неоспоримыми преимуществами в исследовании процессов взаимодействия дефектов при сравнительно низких температурах [14, 15]. Внутреннее трение — один из лучших высокоструктурночувствительных методов исследования динамического взаимодействия внутренних дефектов в кристаллах (дислокации, избыточные вакансии, точечные и парные дефекты, поверхности раздела и др.) с оценкой их энергии связи и активационных параметров.

Амплитудные зависимости внутреннего трения (АЗВТ) измеряли при различных температурах в режиме постоянного увеличения амплитуды деформации сдвига γ для крутильных колебаний образцов в пределах от $4 \cdot 10^{-5}$ до $6 \cdot 10^{-4}$. Обработка результатов измерений и расчеты параметров дислокационно-примесного взаимодействия были выполнены по методике, детально описанной в [16].

Для анализа высокотемпературного фона $Q_{\text{ф}}^{-1} = K[\omega \exp(U_0/k)]^n$, где $\omega = 2\pi f$ — круговая частота, экспериментальные кривые $Q^{-1}(T)$ перестраивали в координатах $\ln Q^{-1} - 1/T$. Угол наклона полученных прямых линий связывается с эффективной ЭА диффузионного перемещения дислокаций $U_{\text{эф}} = nU_0$ [17], где U_0 — истинная ЭА вязкого движения дислокаций, взаимодействующих с точечными дефек-

тами; $n = 0,23$ для широкого класса металлов с различными кристаллическими решетками.

3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В наших работах [14, 18] методами ДТА, рентгеновского, микро-рентгеноспектрального анализ и растровой электронной микроскопии с учетом литературных данных построена диаграмма состояния тройной системы Mg–Al–Ca, в т.ч. проекция поверхности ликвидус, изотермические разрезы при 150°C и политермические сечения при постоянных концентрациях 12, 14 и 16% Al, и установлены фазовые поля, определена их структура и количественные соотношения. По этим данным сплав Mg–12,5Al–1,4Ca является по существу доэвтектическим сплавом с ограниченной взаимной растворимостью его компонентов — алюминия и кальция (табл. 1). Двухфазные состояния в этом случае характеризуются большой положительной энергией смешения (ϵ_c), когда разноименные атомы притягиваются значительно слабее одноименных. Чем больше ϵ_c , тем меньше растворимость в твердой фазе. При $\epsilon_c \rightarrow \infty$ диаграмма состояния, например, Mg–Ti характеризуется отсутствием растворимости в кристаллических фазах с учетом перитектической реакции. Однако определить количественные соотношения и совместную растворимость всех легирующих элементов (ЛЭ) достаточно трудно в методическом отношении.

Рентгеновский фазовый анализ равновесных состояний сплавов Mg–Al–Ca [18] указывает на резкое уменьшение растворимости Ca с увеличением концентрации Al и снижением температуры (табл. 1), а также на подавление образования охрупчивающей фазы Al₂Ca и рост объемной доли эвтектической компоненты β -Mg₁₇Al₁₂, упрочненной кальцием. При еще более высоких концентрациях Al (12–14%) расширяются температурные и концентрационные области существования стабильной двухфазной структуры (α -Mg и β -Mg₁₇Al₁₂) с объемной долей упрочненной β -фазы до 12–15 об.% и по-

ТАБЛИЦА 1. Максимальная растворимость Ca в твердой фазе α -Mg для системы сплавов Mg–Al.

Сплав	ЛЭ	Температура, °C	Масс.%
Mg	Ca	516	1,34
Mg–4,5Al	Ca	520	0,5
		450	0,02
Mg–8,5Al	Ca	450	0,01
		370	отсутствует

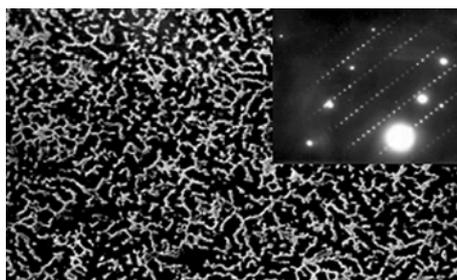


Рис. 1. Типичная картина электронной микродифракции зернограничной нанофазы (30–50 нм) $Mg_{17}Al_{12-x}Ca_x$ в сплавах системы Mg–Al–Ca.

явлением на границах наночастиц ($Mg_{17}Al_{12-x}Ca_x$, где $x \cong 6$) (рис. 1).

Электронно-микроскопические исследования доэвтектических сплавов тройной системы Mg–Al–Ca выявили дислокационную структуру матрицы α -Mg (рис. 2), а также наличие на границах фаз (когерентных поверхностях раздела) так называемых межфазных дислокаций или дислокаций несоответствия (рис. 3). Эти дислокации уменьшают дальнедействующие когерентные деформации, обусловленные несовпадением решеток фаз на границе сопряжения. Это означает, что межфазные границы в доэвтектических композициях магниевых сплавов являются полукogerентными. Так как сетка дислокаций несоответствия образуется при температуре затвердевания (или несколько ниже ее), их незначительная плотность при комнатной температуре (рис. 3) свидетельствует о возможности ухода межфазных дислокаций в матрицу и снижения величины внутренних (когерентных) напряжений.

При измерении параметров дискретного температурного спектра внутреннего трения поликристаллического ГПУ-Mg (рис. 4) при 200–215°C обнаружен широкий максимум (кривая 1), вызванный неупругой зернограничной релаксацией, которая зависит от частоты

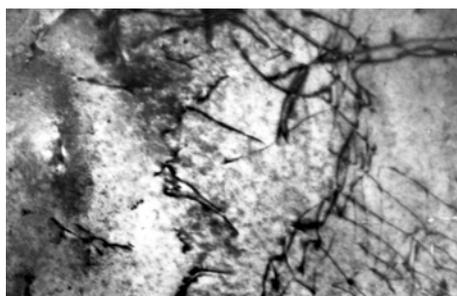


Рис. 2. Дислокационная структура, сформированная в процессе кристаллизации сплавов Mg–8,5Al–4,5Ca–0,8 ($\times 20000$).

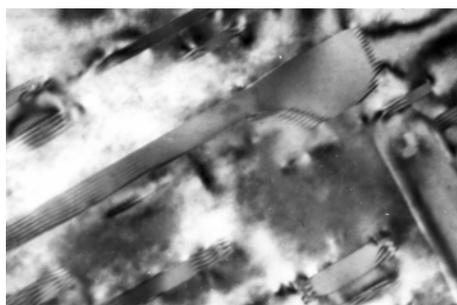


Рис. 3. Дислокации несоответствия на межфазной поверхности ($\times 45000$).

ты колебаний и размера зерна. Аналогичный эффект был обнаружен в спектрах механической релаксации поликристаллов ГПУ-Mg Кэ Тин Суем при 185°C и Демпласом с сотрудниками при 210°C [19, 20]. В монокристаллах ГПУ-Mg его нет. В сплавах ГПУ-Mg с кальцием (кривая 2) зернограничный максимум в значительной мере подавляется, указывая на сильное зернограничное упрочнение сплава в результате блокирования зернограничных дислокаций. При легировании бинарного сплава Mg-Ca алюминием зернограничный максимум появляется снова, однако его высота существенно меньше по сравнению с ГПУ-Mg.

ЭА неупругой зернограничной релаксации в ГПУ-Mg при 185°C составляет $1,38$ эВ ($31,7$ ккал/моль), сближаясь с ЭА самодиффузии магния [20]. Однако в нашем случае ширина зернограничного максимума в два раза превышает ее теоретическую величину. Поэтому

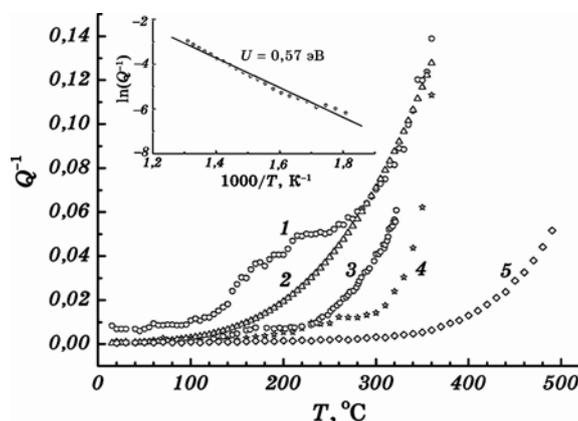


Рис. 4. Дискретные температурные спектры внутреннего трения магния и его сплавов (1 — магний (99,96%); 2 — Mg-2Ca; 3 — Mg-12Al; 4 — Mg-12Al-1,3Ca; 5 — Mg-12,5Al-1,4Ca-0,28Mn-0,1Ti). Вставка: оценка ЭА высокотемпературного фона для сплава 5.

его нельзя описать одним временем релаксации. На этом основании предполагается, что неупругая релаксация, вызванная подвижными зернограницными дислокациями, аккомодируется диффузией ЛЭ, которые могут мигрировать по объему и вдоль границ зерен/поверхностей раздела с ЭА, средней между ЭА зернограницной и решеточной диффузии. Для сплава Mg–12,5Al–1,3Ca ЭА зернограницной релаксации 1,25 эВ (28,9 ккал/моль) оказывается меньше ЭА объемной самодиффузии магния из-за вклада диффузии ЛЭ по границам зерен.

При исследовании высокотемпературного фона Q_{ϕ}^{-1} сплавов системы Mg–Al–Ca установлено, что при $n = 2,3$ истинная ЭА U_0 для вязкого движения дислокаций, взаимодействующих с точечными дефектами, составляет 0,7 эВ (для ГПУ-Mg), 1,08 эВ (для Mg–1,5Ca), 1,5 эВ (для Mg–12,5Al–1,3Ca) и 1,31 эВ (для Mg–12,5Al–1,3Ca–0,28Mn–0,1Ti), что свидетельствует о различных вкладах в диффузию матрицы и границ.

Таким образом, эффективность торможения подвижных дислокаций, взаимодействующих с дефектами при повышенных температурах, контролируется диффузионной подвижностью растворенных атомов, в т.ч. в пределах примесных атмосфер Коттрелла с температурой их конденсации T_k на дислокациях в интервале 180–200°C. Выше T_k происходит раскрепление дислокаций с энергией связи, которая зависит от состава сплава. Подчеркнем, что легирование кальцием, сегрегирующим на границах зерен и блокирующим зернограницное скольжение, практически не влияет на характер взаимодействия дислокаций с ЛЭ в сплавах системы Mg–Al–Ca.

3.1. Зернограницное упрочнение

При высоком уровне напряжений зернограницное скольжение (ЗГС) в ГПУ-поликристаллах магния становится доминантным механизмом, контролирующим сопротивление ползучести/микротекучести, в т.ч. при комнатной температуре [15]. ЗГС, аккомодированное ЗГ-диффузией, вносит значительный вклад в общую деформацию. Комбинированный динамический механизм, включающий дислокационный крип и ЗГ-диффузию, наблюдается, как правило, в крупнозернистых кристаллах.

ЭА самодиффузии вдоль вязких границ зерен ГПУ-Mg, Zn, Cd на 40–60% меньше значений ЭА объемной самодиффузии [21]. Для Mg из-за ЗГ-скольжения ЭА ползучести примерно в два раза меньше ЭА объемной самодиффузии (1,3 эВ или 32 ккал/моль). Для магниевых сплавов системы Mg–Al–Ca характерным является комбинированный динамический механизм ползучести, включающий дислокационный крип, аккомодированный диффузией легирующих элементов к дислокациям (рис. 4, табл. 2).

ТАБЛИЦА 2. Оценка энергии связи дислокаций с растворенными атомами ЛЭ в ГПУ-Mg и магниевых сплавах.

Сплав	ГПУ-Mg	Mg-12,5Al-1,3Ca	Mg-12,5Al-1,3Ca-0,28Mn-0,1Ti
U_c , эВ	0,21	0,5	0,27

Переход от интеркристаллического дислокационного силового закона $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \sigma)$ к контролируемому диффузией криму происходит при высоких температурах и осуществляется по механизму Кобла (вакансионный поток вдоль границ зерен), а не по механизму Набарро–Хиринга (вакансионный поток через решетку). Са эффективно блокирует все виды неупругой релаксации, в т.ч. зернограничное скольжение (рис. 4).

3.2. Эффекты неупругой релаксации парных дефектов

Из-за низкой симметрии кристаллической ГПУ-решетки в дискретных температурных спектрах внутреннего трения (механической релаксации) литых магниевых сплавов, как правило, наблюдаются три пика неупругой релаксации, вызванных зависимым от частоты колебаний резонансным поглощением энергии ($\omega \tau_i = 1$) из-за образования парных дефектов (первичных нанокластеров «легирующий элемент», ЛЭ–избыточная вакансия, ИВ), зернограничного скольжения, ЗГС и сегрегаций ЛЭ на границах [15]. При этом слаборастворимые ЛЭ играют роль ловушек (центров захвата) для избыточных вакансий, вызывая отклонение от соотношения Аррениуса при повышенных температурах [7, 14, 15]. При этом эффективная растворимость (на структурных дефектах) для Ti и других аналогичных ЛЭ существенно увеличивается из-за избытка вакансий и дислокаций в литых многокомпонентных сплавах с пересыщенной α -Mg матрицей. Более того, i -s парные дефекты в ГПУ-кристаллах, например, Ti_xN_y могут действовать как центры зарождения очень стабильных фаз.

3.3. Твердорастворные эффекты. Закрепление дислокационной структуры

Считается, что предел микротекучести $\sigma_{\text{мкт}}$, связанный с необратимой, зависимой от времени микропластической деформацией, — это напряжение, необходимое для активированного движения свободных дислокаций. На самом деле $\sigma_{\text{мкт}}$ чувствителен не только к плотности подвижных дислокаций, но также к легирующим элементам/примесным атомам и барьерной структуре металлов и

сплавов. Макроскопический и микроскопический пределы текучести σ_T и $\sigma_{\text{мкт}}$ связаны между собой [22], хотя $\sigma_{\text{мкт}}$ менее чувствителен к концентрации растворенных атомов:

$$\sigma_T > \sigma > \sigma_0 \text{ и } \sigma = \sigma_0 + \sigma_f, \quad (1)$$

где σ — приложенное напряжение; σ_0 — обратное напряжение неупругой деформации, накопленной в виде скопления дислокаций у барьеров; σ_f или $\sigma_{\text{мкт}}$ — сопротивление движению свободных дислокаций; σ_0 зависит от концентрации растворенных атомов. В связи с этим термически активированная дислокационная релаксация, аккомодированная химической диффузией ЛЭ и ПА, например, с образованием примесных атмосфер Коттрелла является наиболее вероятным механизмом высокотемпературной ползучести сплавов системы Mg–Al–Ca, Ti (рис. 4). Микроскопическое приближение этого дислокационного механизма подтверждается, прежде всего, наличием амплитудной зависимости внутреннего трения в исследованном интервале температур (рис. 5), которая описывает температурную зависимость процесса закрепления/раскрепления дислокаций (облаками Коттрелла). Важно подчеркнуть, что начало раскрепления дислокационной структуры литых сплавов означает по существу температурную границу жаропрочности. С этих позиций магниевый сплав, содержащий небольшие добавки титана, оказывается наиболее жаропрочным (рис. 4, кривая 5).

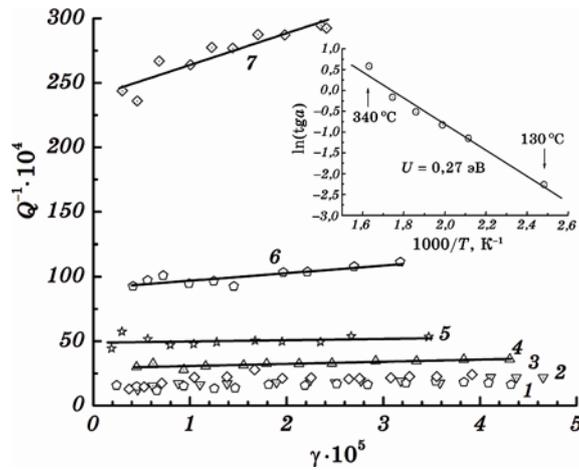


Рис. 5. Амплитудные зависимости внутреннего трения сплава Mg–12,5Al–1,4Ca–0,28Mn–0,1Ti при различных температурах испытаний (1 — 20°C, 2 — 90°C, 3 — 130°C, 4 — 175°C, 5 — 230°C, 6 — 290°C, 7 — 360°C). Вставка: оценка энергии связи дислокаций с растворенными атомами (атмосферами Коттрелла).

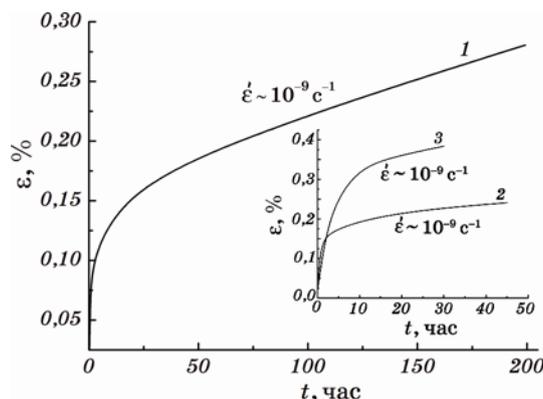


Рис. 6. Кривые ползучести для модельного сплава Mg-12,5Al-1,3Ca-0,5Y-0,9Fe в течение 200 час (1) и 45 час (2) и для сплава Mg-12,5Al-1,3Ca-0,28Mn-0,1Ti в течение 45 час (3) при 150°C и 70 МПа.

3.4. Сопротивление микротекучности и длительная прочность

С введением добавки коррозионно-нестойкого Fe, повышающего жаропрочность модельного сплава Mg-12,5Al-1,3Ca-0,9Fe-0,5Y (рис. 6), этот состав значительно замедляет скорость ползучести $\dot{\epsilon}_n$, которая вызывает деформацию до 0,08% за 45 часов при 150°C в поле напряжений растяжения 70 МПа (табл. 3). Это означает, что процесс зависимой от времени деформации контролируется тонким механизмом, связанным с ограниченной подвижностью структурных эффектов. Достигнутое критическое значение $\dot{\epsilon}_n$ можно использовать в качестве критерия для оценки полезной длительной прочности кристаллов, что позволяет существенно сократить сроки проведения длительных (полномасштабных, круглосуточных) ис-

ТАБЛИЦА 3. Корреляция между скоростью ползучести, составом новых экспериментальных сплавов и временем нагружения при 150°C («р» — растяжение, «с» — сжатие).

Состав сплава	$\dot{\epsilon}_n, \text{с}^{-1}$	$\sigma, \text{МПа}$	$\tau, \text{час}$	$\epsilon_n, \%$
AZ91D	10^{-7}	35-50 (р)	20-50	до 14,6
Mg-12,5Al-1,3Ca	$3 \cdot 10^{-9}$	65 (р)	200	0,3
Mg-14Al-1,5Ca-2Zn-0,5Y	$7 \cdot 10^{-9}$	65 (р)	100	0,2
Mg-12,5Al-1,3Ca-0,9Fe-0,5Y	10^{-9}	70 (р)	45	0,08
	10^{-9}	70 (р)	200	0,3
Mg-12,5Al-1,3Ca-0,9Fe-0,5Y	$1,1 \cdot 10^{-9}$	65 (с)	120	0,038
Mg-12,5Al-1,3Ca-0,5Fe-0,3Y	$3 \cdot 10^{-10}$	65 (с)	120	0,1

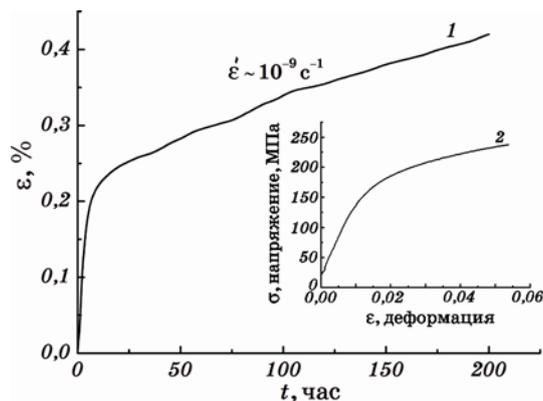


Рис. 7. Кратковременные и длительные свойства нового экспериментального сплава Mg-12,5Al-1,4Ca-0,3Y-0,2Gd. 1 — кривая ползучести при 150°C и 70 МПа (200 часов); 2 — типичная кривая растяжения этого сплава в истинных координатах при 27°C.

пытаний и таким образом откорректировать методику измерений предела ползучести. Так, предел ползучести 70 МПа для сплава Mg-12,5Al-1,3Ca-0,9Fe-0,5Y (рис. 6 и табл. 3) выявляется уже через 45 часов при достижении скорости $\dot{\epsilon}_n \cong 10^{-9} \text{ с}^{-1}$, которая сохраняется постоянной в течение 200 часов (для одного контролирующего механизма). При этом форма кривых растяжения указывает на деформационное упрочнение сплавов системы Mg-Al-Ca при ползучести (рис. 7).

Установлено (рис. 8), что если деформация ползучести литого сплава Mg-12,5Al-1,4Ca с добавкой 0,3% ат. Y не превышает 0,3%–0,4% ϵ , то его фазовый состав и плотность дефектов практи-

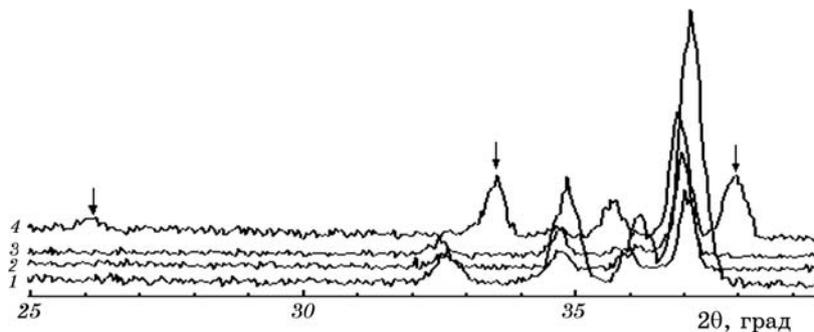


Рис. 8. θ - 2θ -рентгенограммы сплава Mg-12,5Al-1,4Ca-0,3Y после ползучести при 150°C и приложенном напряжении 70 МПа. 1 — исходное недеформированное состояние; 2 — после деформации 0,3%; 3 — после деформации 0,5%; 4 — после деформации 0,5% в шейке образца.

чески не изменяются. Однако после деформации 0,5% в образце образуется шейка без разрушения. При этом диаметр образца в шейке уменьшается $\cong 2,5$ раза. Рентгенограммы этого сплава в исходном состоянии (1), после деформации 0,3% (2), 0,5% в области, исключая утонение образца (3), и в шейке (4) показаны на рис. 8. Углы отражения на рентгенограммах 1, 2, 3 для большинства линий совпадают, в то же время, некоторые из них несколько смещаются (на углы $\cong 0,05^\circ - 0,03^\circ$), что отвечает преимущественно одинаковому фазовому составу в недеформированном и деформированном состояниях. Значения интенсивности линий с деформацией перераспределяются, а и их полуширины незначительно (без зависимости от угла отражения) изменяются в деформированных образцах по сравнению с исходным состоянием. Существенные изменения положения линий наблюдаются только на рентгенограмме 4 (т.е. в области шейки образца с общей деформацией 0,5%). Отмечается также появление новых линий отражения, отмеченных стрелками на рис. 5. Кроме того, полуширина всех линий на рентгенограмме 4 возрастает по отношению к предыдущим измерениям 1–3. Это отвечает существенному изменению фазового состава в шейке образца, которое происходит с увеличением плотности дефектов. Таким образом, процесс стабилизации структуры и фазового состава этого сплава прекращается после деформации 0,5% ϵ из-за ее локализации с образованием шейки в условиях пластической неустойчивости. На рентгенограммах фиксируются значительные изменения фазового состава и структурные превращения (рис. 8, кривая 4). Уширение некоторых рефлексов свидетельствуют о росте плотности дислокаций и внутренних напряжений, а сдвиги существующих рефлексов и появление новых рефлексов указывают на развитие фазовых превращений [12, 13]. Увеличение интенсивности размытого фона (по данным рентгеновской дифрактометрии) означает увеличение вакансий или упорядоченных атомных смещений на поверхностях раздела, а неоднородное распределение точечных дефектов, ЛЭ (ПА) и дислокаций сопровождается повышением уровня внутренних напряжений.

Кальций уменьшает параметры решетки твердого расплава Mg–Al из-за его распада при повышенных температурах (испытаний и отжига). Однако, из-за различия КТР структурных составляющих сплава Mg–Al–Ca, Y, плотность дислокаций снижется с увеличением скорости кристаллизации (до 100°C/с). В этом случае внутренние напряжения, возникающие при охлаждении, могут вызвать деформацию матрицы и даже ее разрушение из-за недостатка активных независимых систем скольжения в ГПУ-решетке Mg.

Из анализа зависимости скорости деформации $\dot{\epsilon}_n$ на установившейся стадии ползучести от напряжения σ в двойных логарифмических координатах следует (рис. 9), что, несмотря на некоторый

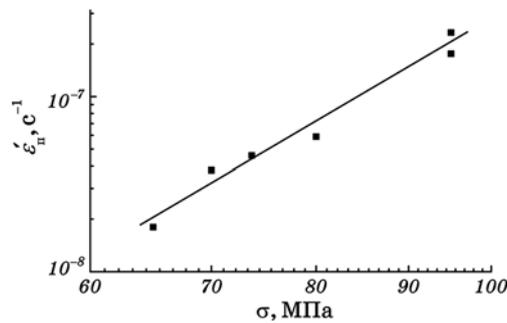


Рис. 9. Зависимость скорости установившейся ползучести от приложенных напряжений (степенной закон) для сплава Mg-12,5Al-1,4Ca-0,3Y ($\dot{\epsilon}_p \propto \sigma^n$, где $n = 6$).

разброс данных, скорость деформации описывается степенным законом $\dot{\epsilon}_p \propto \sigma^n$, где $n = 6$. Такие значения n характерны для высокотемпературного дислокационного механизма ползучести, который аккомодируется, вероятнее всего, зернограничной диффузией легирующих элементов. Действительно, дислокации, возникающие на межфазной поверхности, контролируют сопротивление ползучести, которое подчиняется степенному закону при повышенных температурах [23]. Таким образом, полезная длительная прочность сплава Mg-Al-Ca, Y будет ограничена структурными и фазовыми превращениями, которые возникают в поле напряжений 70 МПа при 150°C за время, необходимое для формирования пластической неустойчивости, т.е. локализации накопленной деформации, образования шейки и, как следствие, схемы трехосного напряженного состояния. В этом случае распад пересыщенного α -Mg твердого раствора становится неизбежным.

На рентгенограмме 2 (рис. 10, а) сплава Mg-12,5Al-1,2Ca-0,3Y-0,07Ti видны линии вблизи углов отражения $2\theta \cong 38^\circ$ и 40° ((0002) и $(10\bar{1}1)$ соответственно), которые могут быть вызваны наличием фазы α -Ti в сплаве. После деформации линий α -Ti в сплаве не наблюдается. Это объясняется растворением α -Ti в сплаве при повышении концентрации дефектов, вызванных деформацией. В недеформированном состоянии наблюдается (рис. 10, б, в) много рентгеновских линий малой интенсивности, которые, возможно, связаны с нерастворимыми малыми количествами фазовых составляющих. Некоторые из этих линий могут быть вызваны наличием α -Ti. Указанные линии отмечены на рисунке. Кроме того, например, в угловом интервале 2θ от 41 – 45° есть линии небольшой интенсивности, которые не могут быть связаны с Ti. После деформации слабые линии на рентгенограмме практически исчезают. Можно предположить, что нерастворимые в ГПУ-решетке Mg атомы Ti (парные дефекты Ti-N,

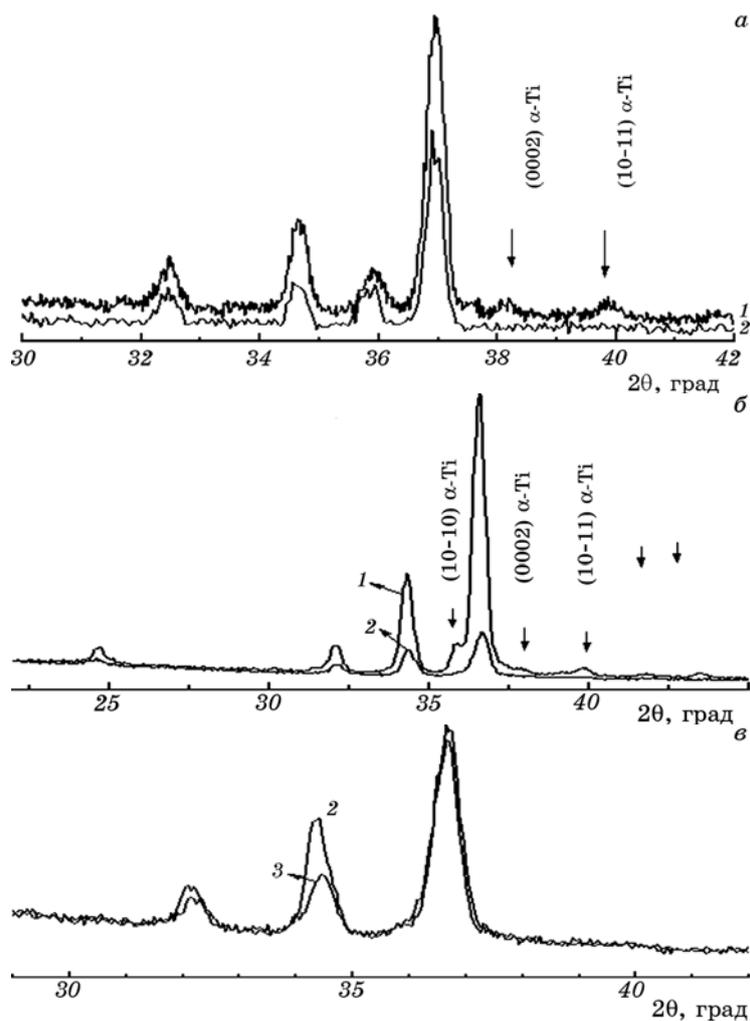


Рис. 10. *a* — θ - 2θ -рентгенограммы сплава Mg-12,5Al-1,2Ca-0,3Y-0,07Ti до (1) и после деформации 0,37% (2) при $T = 150^\circ\text{C}$, $\sigma = 70$ МПа; *б* — θ - 2θ -рентгенограммы сплава Mg-12,5Al-1,4Ca-0,28Mn-0,1Ti в исходном состоянии (1), в деформированном состоянии по образующей области образца (2) и в поперечном сечении (3) (условия деформации: $T = 150^\circ\text{C}$, $\sigma = 70$ МПа, $t = 200$ час, $\varepsilon = 0,8\%$).

О) растворяются на структурных дефектах (дислокациях) с образованием «облаков» (примесных атмосфер) Коттрелла. Полученные результаты согласуются с данными внутреннего трения в пользу закрепления дислокационной структуры с энергией связи около 0,3 эВ (рис. 5). Наличие прерывистого течения, т.е. эффекта Портевена-Ле Шателье, также подтверждает активацию этого механизма.

Кривые ползучести $\varepsilon(t)$ для сплавов с Ti, а также Gd и Fe аппроксимируются на достаточно большом промежутке времени прямой с наклоном, который дает скорость ползучести $\dot{\varepsilon}_n$ (рис. 6 и 7). При этом достигается установившийся режим ползучести с деформационным упрочнением, которое замедляет $\dot{\varepsilon}_n(t)$ [4]. Эффективная растворимость титана на дислокациях в поле напряжений 70 МПа вызывает эффект самоупрочнения сплава Mg–Al–Ca, Ti в процессе ползучести и тем самым обеспечивает высокие характеристики полезной длительной прочности при 150°C: предел ползучести составляет 70 МПа; предельная деформация со скоростью около 10^{-9} с^{-1} не превышает 0,4–0,6% вплоть до 200 часов.

3.5. Особенности разрушения

Истинно хрупкое разрушение обеспечивается внутренней энергией сдвига, достаточной для зарождения критических (зародышевых) субмикротрещин Гриффитса и их самопроизвольного (спонтанного) распространения до окончательного разрыва. В области квазихрупкого перехода, тем более замедленного разрушения при ползучести (150°C/70 МПа), внутренней энергии сдвига может быть достаточно только для легко активируемого зарождения микротрещин. Критической (трудно активируемой) стадией становится их рост в поле нормальных (приложенных растягивающих) напряжений [5–7].

Электронные изображения поверхности разрушения магниевых сплавов с титаном и гадолинием после их испытаний на растяжение представлены на рис. 11. Квазихрупкое разрушение происходит в основном вдоль границ зерен и межфазных поверхностей. Рост и слияние зернограничных микропор наблюдается на зернограничных фасетках. При этом квазихрупкое разрушение усиливается при комнатной температуре (КТ) (рис. 11, а). Значительные когерентные (межфазные) напряжения, особенно в структурах эвтектического происхождения, могут превышать предел текучести матрицы, если возникают ограничения для внутризеренного скольжения. Если закрепление дислокаций сохраняется до достижения предела прочности, матрица сплава охрупчивается и разрушается с незначительной сопутствующей микропластической деформацией (рис. 11, б). Быстрое охлаждение при термообработке или кристаллизации минимизирует субмикроскопические выделения фаз. Поэтому наблюдаемое сильное закрепление дислокаций в литых сплавах Mg–Al–Ca, Ti (рис. 5) объясняется образованием атмосфер Коттрелла, состоящих из растворенных атомов.

Недостаточная пластичность при КТ (как следствие, низкая технологичность), вызванная появлением квазихрупкого перехода, примесным охрупчиванием и недостатком активных (независимых) систем скольжения в ГПУ-кристаллах, является вторым кри-

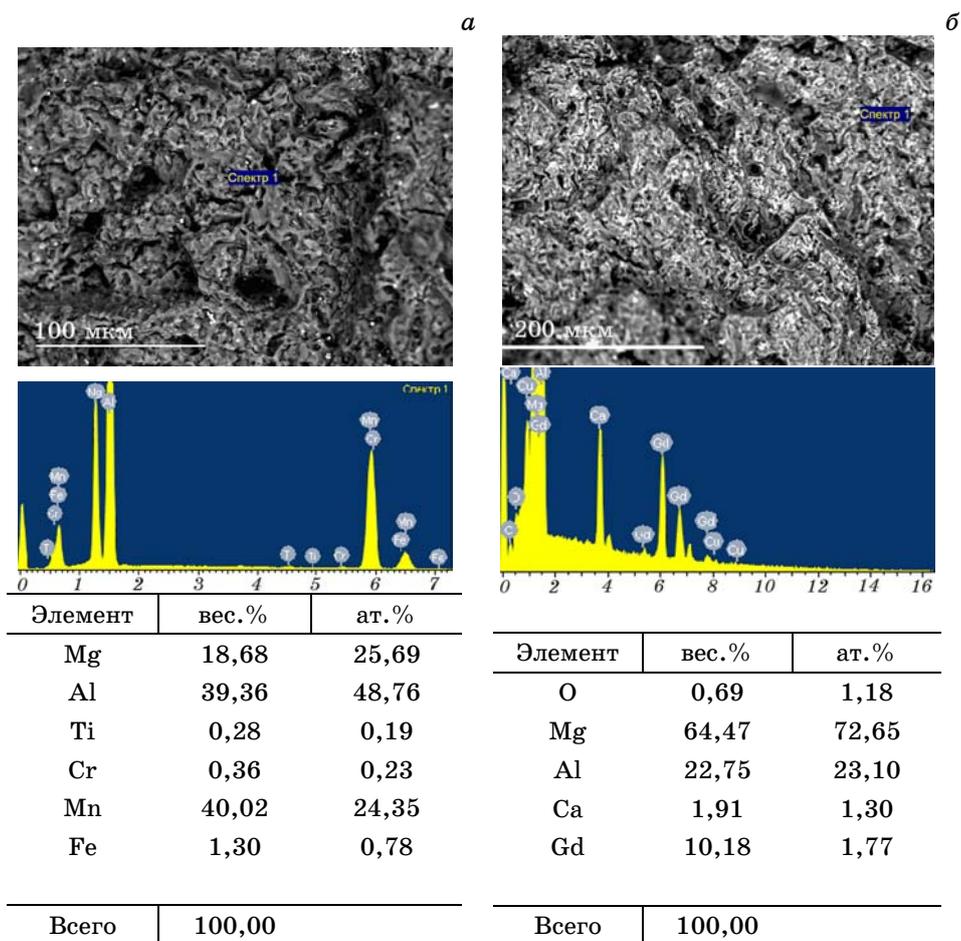


Рис. 11. РЭМ-микротографии поверхности разрушения сплавов при комнатной температуре (27°C). *a* — Mg–12,5Al–1,3Ca–0,3Y–0,2Gd; *б* — Mg–12,5Al–1,3Ca–0,28Mn–0,1Ti с локальным химическим составом α -Mg и β -Mg₁₇Al₁₂(X).

тическим свойством, ограничивающим длительную эксплуатацию сложнoleгированного магниевого продукта, который содержит ПА и остаточную рассеянную пористость (менее 0,1%). Дegrаdация механических свойств магниевых сплавов наблюдается, как правило, с увеличением содержания ПА (0,11–0,22% O₂), добавок ЛЭ и усилением вредных ПА сегрегаций. При разработке новых экспериментальных сплавов эти потенциальные (энергетические) барьеры устранены, что подтверждается экспериментальной проверкой их основных характеристик (табл. 4).

Переход от контролируемого диффузией механизма замедленно-

ТАБЛИЦА 4. Кратковременные испытания на растяжения магниевых сплавов при комнатной температуре.

Сплав	Удлинение, %	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Истинное разрушение. Напряжение, МПа
Mg-12,5Al-1,4Ca- 0,3Y-0,2Gd	3,7-4,4	150-157	228-239	240-256
Mg-12,5Al-1,4Ca- 0,28Mn-0,1Ti	4,8-5,6	130	214	

го (термически активированного при 150°C) разрушения к интеркристаллитному дислокационному механизму при КТ (рис. 11) означает, что медленный рост субкритических микротрещин оказывает сопротивление разрушению в широком интервале температур (от КТ до 150°C), а дислокации на поверхностях раздела контролируют сопротивление ползучести. Так как известный закон $t_p \dot{\epsilon}_{\min} = \text{const}/d$, где t_p — время до разрушения, справедлив и для зернограничного разрушения, следует ожидать существенного улучшения сопротивления ползучести при переходе к мелкозернистым структурам (d_{\min}).

4. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В результате исследований новых составов экспериментальных магниевых сплавов обнаружены следующие закономерности. Mg образует с Ca твердый раствор в пределах 1,1–1,3% Ca. С увеличением концентрации Al растворимость Ca в тройных сплавах Mg–Al–Ca резко уменьшается с температурой и фактически подавляется при содержании Al свыше 8,5%. При этом обедненная доэвтектическая структура Mg–Al–Ca обогащается за счет двукратного увеличения эвтектической компоненты β -Mg₁₇Al₁₂ (до 15–20 об.%). При дополнительном легировании этого сплава добавками Fe, Y, Gd, Ti во всех случаях наблюдается уменьшение параметра решетки α -Mg и увеличение параметра решетки упрочненной фазы β -Mg₁₇Al₁₂. Объемная доля зернограничной нанофазы Mg₁₇Al_{12-x}Ca_x увеличивается до 1–2 об.% и в отдельных случаях — до 3 об.%.

Считается, что современные материалы — термодинамически неравновесные системы, однако медленная кинетика происходящих в них диффузионных, химических и фазовых превращений позволяет сохранять их рабочие характеристики на протяжении эксплуатации. Тем не менее, при повышенных (критических) температурах зависимой от времени микротекучести медленная кине-

тика распада пересыщенного твердого раствора α -Mg в сплавах системы Mg–Al–Ca не согласуется с быстрой кинетикой сегрегации/десегрегации на поверхностях раздела, а значит и с быстрой кинетикой закрепления и раскрепления дислокаций, что снижает сопротивление и повышает скорость микротекучести.

Растворимости Al в Mg и Ca в Mg при 150°C оставляют 2,37 вес.% и 0,15 вес.% соответственно. Добавки Ca существенно уменьшают растворимость Al в Mg (до 0,1% Ca и 0,1% Al). По данным [3] для твердых растворов с ограниченной растворимостью компонента скорость ползучести ($\dot{\epsilon}_n$) увеличивается с ростом его концентрации. Пересыщенные твердые растворы α -Mg–Al становятся термически нестабильными из-за расслоения, вызванного медленной сегрегацией Al в области границ, а также распада с образованием крупных дискретных выделений и непрерывного выделения дисперсных β -частиц $Mg_{17}Al_{12}$. Принято считать, что из-за перитектической реакции растворимость Ti в твердой фазе α -Mg несколько больше, чем в его расплаве. Тем не менее, в бинарных сплавах магния с титаном фиксируется крайне незначительная взаимная растворимость без образования интерметаллидов [24].

Введение Ti и других ЛЭ, которые отличаются крайне незначительной решеточной растворимостью и склонностью сегрегации на дефектах, обеспечивает эффективное закрепление дислокаций в процессе кристаллизации расплава Mg–Al–Ca, Ti из-за повышения его эффективной растворимости (на новых структурных дефектах). При этом формируется прочно закрепленная дислокационная структура с энергией связи 0,3 (рис. 2, 5). Играя роль своеобразных ловушек, эти ЛЭ иммобилизуют дислокации и предотвращают образование конкурентной сегрегации, повышая сопротивление ползучести и длительной прочности. При этом жаропрочность новых экспериментальных сплавов увеличивается на 150–200°C (рис. 4).

Эффективность легирования легких магниевых сплавов тугоплавкими добавками (Ti, Sr и др.) значительно повышается за счет увеличения скорости охлаждения в процессе кристаллизации с образованием пересыщенных твердых растворов α -Mg–Al, Ca, X. В сплавах, содержащих титан, этот эффект наблюдается в процессе кристаллизации со скоростью, характерной для литья под давлением (40–90°C/с). При этом формируется бездендритная мелкозернистая структура, модифицированная небольшими добавками титана (0,1–0,2% Ti). Модификация химического состава увеличивает не только кратковременные, но и длительные свойства при повышенных температурах (при 150°C и 70 МПа заданная микродеформация после 200 часов не превышает 0,4–0,6%). При этом добавка 0,1% Ti заменяет 0,5% дорогостоящих РЗМ в сплаве с той же матрицей и тем же уровнем свойств (рис. 6 и 7).

Существуют, по крайней мере, три подхода к упрочнению двух-

фазного сплава α -Mg- β -Mg₁₇Al₁₂ эвтектического происхождения:
 – замена мягкой составляющей Mg₁₇Al₁₂ ($T_{пл} \cong 94^\circ\text{C}$) более прочным при высоких температурах бинарным соединением Al₂Ca [25];
 – исключение Mg₁₇Al₁₂ из состава сплава системы Mg-Al-Ca;
 – замена одного из элементов кубической решетки Mg₁₇Al₁₂ элементом с более высокой температурой плавления, т.е. упрочнение сплава, особенно на границах, тройным высокопрочным соединением повышенной дисперсности (рис. 1 и 4).

Появление «зуба» (верхнего и нижнего) макроскопического предела текучести, как известно, связывается с быстрым размножением подвижных дислокаций и является металлургической проблемой так же, как и эффект Портевена–Ле Шателье. Предел текучести, вызванной дисперсионным твердением, когда субмикроскопические выделения фаз закрепляют дислокации, на первичных кривых напряжение–деформация для системы сплавов Mg-Al-Ca, X не был обнаружен. Иными словами, кинетика выделений не благоприятствует процессу закрепления преципитатами, такими, например, как β -Mg₁₇Al₁₂, Mg₁₇Al_{12-x}Ca_x ($x \cong 6$).

Напряжение сдвига τ_c , необходимое для движения дислокации с атмосферой Коттрелла при 0 К, пропорционально энергии связи U_c растворенного атома с линейным дефектом [26]:

$$\tau_c = \frac{U_c c}{2b^3} \quad (2)$$

и уменьшается с повышением температуры пропорционально T^3 [27, 28]. Этот контролирующий механизм перестает действовать при $T = T_c = U_c / (k_B \ln(\dot{\epsilon}_0 / \dot{\epsilon}_n))$, где $\dot{\epsilon}_n$ — скорость деформации ползучести; $\dot{\epsilon}_0$ — постоянная; k_B — постоянная Больцмана; c — концентрация ЛЭ. С повышением температуры атмосфера Коттрелла «размывается» и при достаточно высоких температурах раскрепляет дислокации, когда их скорость оказывается близкой к диффузионной подвижности сегрегантов. Механизм упругого блокирования дислокаций сегрегациями атомов Ti в деталях пока не исследован.

Таким образом, при введении титана в магниевый сплав на дислокационной сетке, сформированной в структуре затвердевания, образуются атмосферы Коттрелла, которые обеспечивают ограниченную подвижность дислокаций, задерживая микротекучесть на уровне $\dot{\epsilon}_n \cong 10^{-9} \text{ с}^{-1}$ при выбранных постоянных условиях эксперимента (70 МПа и 150°C) в течение 200 часов. Жаропрочность сплавов с титаном увеличивается на 150–200°C, прежде всего, из-за того, что ЭА отрыва дислокаций от атмосфер Коттрелла достигается при гораздо более высоких температурах.

Следует подчеркнуть, что в отличие от редкоземельных элементов (Y и Gd) микролегирование такими элементами, как Ti и Sr, изменяет механизм деформационного упрочнения. Известно, что при

умеренных температурах доминирующим механизмом, контролирующим $\dot{\epsilon}_n$, является поперечное скольжение дислокаций, а при более высоких — их переползание. Титан, по-видимому, увеличивает степень расщепления (ширину) винтовых компонент дислокаций, уменьшая энергию дефектов упаковки, и таким образом дополнительно замедляет ползучесть. В частности, избыточный титан, который растворяется на этих структурных дефектах, вызывает эффект самоупрочнения в поле напряжений (растяжения).

ВЫВОДЫ

1. Сопротивление микротекучести/ползучести и полезная длительная прочность магниевых сплавов системы Mg–Al–Ca, Ti определяются результирующей микроструктурой, динамически сформированной в результате зависимой от времени микродеформации (до 200 часов).
2. Выяснена физическая природа Ca-эффекта в α -Mg поликристаллах: кальций блокирует зернограничное скольжение, ликвидирует сегрегацию (расслоение) Mg–Al твердого раствора, существенно уменьшая растворимость Al в α -Mg, а также задерживает диффузионное переползание дислокаций при температурах выше 150°C и способствует упрочнению приграничных областей наночастицами $Mg_{17}Al_{12-x}Ca_x$.
3. Установлен предел ползучести сплава Mg–12,5Al–1,3Ca. Для заданных условий испытаний (0,24% ϵ_n и $\dot{\epsilon}_n \cong 10^{-9} \text{ с}^{-1}$ при 150°C и 70 МПа в течение 200 часов) он соответствует 65 МПа. Характеристики сопротивления ползучести и длительной прочности этого сплава превосходят аналогичные свойства коммерческого магниевого сплава AZ91D.
4. Методами прецизионной рентгеновской дифрактометрии зафиксированы структурные изменения и фазовые превращения, которые возникают в процессе длительных испытаний сплавов системы Mg–Al–Ca–0,3Y. Малые добавки титана (0,07–0,2%) привлекают требуемые свойства, минимизируя твердорастворные эффекты (распада α -Mg пересыщенного твердого раствора) при повышенных температурах.
5. Обогащенный алюминием Mg–12,5Al–1,3Ca–0,28Mn–0,1Ti экспериментальный сплав может быть использован для автомобильных деталей, которые трудно отливать. Жидкотекучесть этого сплава на 30% превышает жидкотекучесть промышленного сплава коммерческого назначения AZ91D (Dow Chemical Corp., USA). При этом он превосходит известные сплавы (A42 и AS21) по сопротивлению ползучести и длительной прочности ($\epsilon \leq 0,4\%$ при 150°C/70 МПа в течение 200 часов; $\dot{\epsilon}_n \cong 10^{-9} \text{ с}^{-1}$). Его предел ползучести составляет 70 МПа для заданных условий испытаний.

6. Подтверждена термодинамическая концепция полезной длительной прочности [7], которая учитывает физическую кинетику торможения подвижных дислокаций атмосферами Коттрелла, а также эффективную растворимость атомов титана в этих структурных дефектах.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. Р. Регель, А. И. Слущкий, Э. Б. Томашевский, *Кинетическая природа прочности твердых тел* (Москва: Наука: 1974).
2. А. В. Степанов, *Основы практической прочности кристаллов* (Москва: Наука: 1974).
3. К. А. Осипов, *Вопросы теории жаропрочности металлов* (Москва: Изд-во АН СССР: 1960).
4. Ж.-П. Пуарье, *Ползучесть кристаллов. Механизмы деформации металлов, керамики и минералов при высоких температурах* (Москва: Мир: 1988); J.-P. Poirier, *Creep of Crystals* (Cambridge: University Press: 1987).
5. В. Г.Ткаченко, И. Н. Максимчук, В. И.Трефилов, *ДАН СССР*, **320**, № 3: 615 (1991).
6. В. Г.Ткаченко, И. Н. Максимчук, В. И. Трефилов, *ДАН СССР*, **320**, № 3: 873 (1991).
7. В. Г. Ткаченко, *Успехи физ. мет.*, **10**, № 1: 103 (2009).
8. Б. Я. Любов, *Теория кристаллизации в больших объемах* (Москва: Наука: 1975).
9. N. F. Mott, *Proc. Roy. Soc. A*, **220**: 1 (1953).
10. К. А. Осипов, *Исследования по жаропрочным сплавам* (Москва: Изд-во АН СССР: 1956).
11. A. Das and E. J. Mittemeijer, *Metallurg. and Mater. Trans. A*, **31**: 2049 (2000).
12. A. Taylor, *X-Ray Metallography* (New York: John Wiley and Sons. Inc.: 1961).
13. М. А. Krivoglaz, *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals* (Berlin–Heidelberg: Springer-Verlag: 1996).
14. V. G. Tkachenko, I. N. Maksimchuk, P. Yu. Volosevich et al., *High Temperature Materials and Processes*, **25**, No. 1–2: 97 (2006).
15. V. G. Tkachenko, I. I. Shuljak, A. M. Strutinsky et al., *Hydrogen Materials Science and Chemistry of Metal Hydrides* (Eds. N. Veziroglu et al.) (Dordrecht, Netherlands: Kluwer Academic Publ.: 2002), p. 77.
16. М. А. Криштал, С. А. Головин, *Внутреннее трение и структура металлов* (Москва: Металлургия: 1976).
17. Б. Я. Пинес, А. А. Кармазин, *ФММ*, **22**, вып. 4: 532 (1966).
18. V. G. Tkachenko, V. G. Khoruzhaya, K. A. Meleshevich et al., *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, **42**, No. 5–6: 268 (2003).
19. Кэ Тин Суй, *Упругость и неупругость металлов* (Москва: Иностр. лит.: 1954), с. 9.
20. J. Deleplace, J. C. Nicond, and L. Trabut, *J. Nucl. Mater.*, **35**, No. 2: 167 (1970).
21. К. А. Осипов, *Вопросы теории жаропрочности металлов и сплавов* (Москва: Изд-во АН СССР: 1960).
22. R. G. Davies and R. C. Ku, *Trans. Met. Soc. AIME*, **236**, No. 7: 1691 (1966).

23. H. A. Calderon and G. Kostorz, *Mater. Sci. Eng. A*, **160**, No. 2: 189 (1993).
24. J. L. Murray, *Bull. Alloy Phase Diagrams*, **7**, No. 3: 1554 (1986).
25. М. О. Пекгулeryuz and А. А. Кааа, *Proc. of the 6th Int. Conf. 'Magnesium Alloys and Their Applications' (Nov. 18–20, 2003)* (Ed. K. U. Kainer) (Weinheim: Wiley-VCH: 2004), p. 74.
26. Ж. Фридель, *Дислокации* (Москва: Мир: 1967).
27. Ф. Гарофало, *Законы ползучести и длительной прочности металлов* (Москва: Металлургия: 1968).
28. F. Garofalo, *Trans. AIME*, **230**: 1400 (1964).