Silesian University of Technology
Faculty of Materials Engineering
Department of Materials Technologies

Goftila Gudeta Sirata Msc, Eng

Influence of combined relaxation, creeping and low-cycle fatigue on the final durability and structure of material

Dissertation

Supervisor: dr hab. inż. Krzysztof Wacławiak
Assistant supervisor: dr inż. Grzegorz Junak

Katowice, 2024

Wpływ sekwencji relaksacji, pełzania i zmęczenia niskocyklowego na końcową trwałość i strukturę materiału.

mgr inż. Goftila Gudeta Sirata

Promotor: dr hab. inż. Krzysztof Wacławiak

Promotor pomocniczy: dr inż. Grzegorz Junak

Streszczenie-poszerzone

Tradycyjne materiały nie są w stanie sprostać potrzebom wynikającym z nowoczesnych rozwiązań technicznych, które wymagają większej wytrzymałości, lekkości i trwałości. W związku z tym rośnie zapotrzebowanie na materiały zaawansowane. Popyt ten doprowadził do rozwoju takich materiałów jak kompozyty o osnowie metalowej, nanomateriały, nadprzewodniki i materiały inteligentne. Materiały te rewolucjonizują takie branże jak lotnictwo, motoryzacja, elektronika i opieka zdrowotna. Zaawansowane materiały oferują podwyższoną wytrzymałość, lekkość i trwałość w porównaniu z materiałami tradycyjnymi, takimi jak powszechnie stosowane stopy metali. Dzięki swoim ulepszonym właściwościom, kompozyty o osnowie metalowej znajdują zastosowanie wszędzie tam gdzie wymaga się materiałów mocnych, lekkich i odpornych na korozję – między innymi w lotnictwie, motoryzacji i obronności.

Aluminiowe kompozyty o osnowie metalowej (AMMC) składają się z lekkich stopów aluminium wzmocnionych materiałami odpornymi na ciepło, takimi jak cząstki ceramiczne. W porównaniu do tradycyjnych stopów aluminium, wykazują one zwiększoną wytrzymałość, sztywność, odporność na zużycie i ścieranie.

W praktycznych zastosowaniach materiały te poddawane są obciążeniom sekwencyjnym, w tym relaksacji, pełzaniu i zmęczeniu. Relaksacja naprężenia to zależne od czasu zjawisko deformacji, które zmniejsza naprężenie w czasie i może powodować odkształcenia plastyczne w strukturach AMMC, gdy struktura jest utrzymywana w stanie naprężenia przez dłuższy czas. Uszkodzenie pod

wpływem pełzania, zależne od czasu, to postępujące odkształcenie w wyniku przyłożonego obciążenia i wysokiej temperatury. Pełzanie stanowi poważny problem, szczególnie w zakresie temperatur od 0,3 do 0,7 bezwzględnej temperatury topnienia materiału.

Kolejnym poważnym problemem jest uszkodzenie zmęczeniowe materiałów, które jest wynikiem obciążenia cyklicznie zmiennego. Powoduje to powstawanie mikropęknięć, które ostatecznie prowadzą do rozwoju makropęknięcia i zniszczenia materiału. Połączenie takich zjawisk jak relaksacja i zmęczenie, a także pełzanie i zmęczenie, może spowodować przedwczesne uszkodzenie wywołane zmianą struktury materiału. Sprawia to, że dokładne przewidzenie trwałości materiału staje się poważnym i aktualnym problemem.

Głównym celem badań było wykazanie wpływu połączonej relaksacji, pełzania oraz zmęczenia na końcową trwałość i strukturę kompozytów AlSi wzmocnionych cząstkami SiC. Ponadto badania miały na celu zbadanie wpływu indywidualnego i sekwencyjnego relaksacji, pełzania i zmęczenia na strukturę materiału kompozytowego. Pomimo, że stopy AlSi i kompozyty AlSi mają dobre właściwości mechaniczne i są stosowane w produkcji lekkich konstrukcji mechanicznych, ich właściwości pogarszają się w podwyższonej temperaturze. W związku z tym głównym zadaniem była ocena właściwości mechanicznych stopu AlSi i jego materiału kompozytowego przy obciążeniach rozciągających, pełzająco-relaksacyjnych i cyklicznych w podwyższonej temperaturze. Dokonano również analizy strukturalnej badanych materiałów, w tym metalografii i fraktografii. Ocena mikrostruktury materiału kompozytowego przed i po poddaniu go różnym sekwencjom obciążenia jest bardzo ważna ze względu na wpływ takich połączonych warunków obciążenia na strukturę materiału. W pracy dokonano także analizy sposobu pękania materiału wywołanego „jednorodnym” obciążeniem, jak również w warunkach obciążenia sekwencyjnego. Analiza mikrostrukturalna była również przeprowadzana w celu sprawdzenia równomierności rozmieszczenia cząstek wzmacniających.

Próbki do badań zostały przygotowane i dostarczone przez pracowników naukowych Katedry Technologii Materiałowych Politechniki Śląskiej. Były to odlewy stopu **EN AC-Al Si12CuNiMg** oraz **kompozytu Al-Si** wzmocnionego cząstkami SiC o 10% udziale masowym.

Badania podstawowych właściwości mechanicznych i struktury materiału bazowego (stopu EN AC-Al Si12CuNiMg) stosowanego w kompozytach na osnowie aluminium (AMMC) realizowano wg następujących punktów:

- **Jednoosiowa próba rozciągania**: przeprowadzona przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roel Z100 w celu zbadania właściwości stopu zarówno w temperaturze otoczenia, jak i w temperaturze podwyższonej: 150, 200, 250, 300 i 350°C. Zmierzono podstawowe właściwości mechaniczne, takie jak wytrzymałość na rozciąganie, granica plastyczności, moduł Younga i ciągliwość.
- **Analiza mikrostruktury**: do badania mikrostruktury stopu wykorzystano mikroskop optyczny (LM) i skaningowy mikroskop elektronowy (SEM).
- **Fraktografia**: przełomy próbek, po zrealizowanej próbie rozciągania zostały zbadane za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM). Zastosowana technika obrazowania o wysokiej rozdzielczości została wykorzystana do szczegółowej analizy powierzchni pęknięć, ujawniając mechanizmy uszkodzeń materiału.
- **Badanie twardości**: do pomiaru odporności materiału na trwałe wgniecenia zastosowano metodę pomiaru twardości Brinella.
- **Testy relaksacji naprężenia i pełzania**: zostały przeprowadzone w celu zbadania reakcji materiału na długotrwałe odkształcenie i naprężenie w temperaturach 150, 250 i 350°C. Metoda najmniejszych kwadratów została wykorzystana do dopasowania krzywych relaksacji naprężenia i pełzania uzyskanych z testów eksperymentalnych do standardowego liniowego modelu reologicznego materiału (SLSM). Na podstawie dopasowania krzywej określono parametry modelu SLSM. Wyniki pokazały, że parametry modelu zmieniają się wraz z temperaturą.

Po wyznaczeniu podstawowych właściwości mechanicznych i ocenie struktury materiału bazowego, badania kontynuowano dla kompozytu na osnowie aluminium wzmocnionego cząstkami SiC (10% masowo).

Właściwości mechaniczne kompozytu wyznaczano identycznie jak w przypadku stopu EN AC-Al Si12CuNiMg, na maszynie Zwick/Roel Z100 z zastosowaniem opisanych powyżej procedur.

Mikrostrukturę materiału kompozytowego analizowano przy użyciu technik metalograficznych, w tym mikroskopu świetlnego (LM) i skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM).

Obserwacja mikrostruktury stopu ujawniła skład strukturalny, taki jak osnowa α-Al, eutektyczne cząstki Si i inne związki międzymetaliczne. Struktura stopu wykazywała tworzenie aluminiowych ramion dendrytowych w wyniku nierównowagowych warunków krzepnięcia podczas odlewania, wraz z mikroporami powstałymi prawdopodobnie w wyniku skurczu materiału podczas krzepnięcia.

Statyczna próba jednoosiowego rozciągania wykazała stopniowy spadek wytrzymałości na rozciąganie i granicy plastyczności wraz ze wzrostem temperatury do 350°C, było to w szczególności widoczne między 250 a 350°C, co jest znaczącą zmianą w zachowaniu materiału. Moduł Younga stopu wykazywał inną tendencję. Początkowo wzrastając wraz z temperaturą, do około 150°C. Powyżej tej temperatury zaobserwowano spadek wartości modułu E wraz z dalszym jej wzrostem.

Powierzchnia przełomu próbek badanych w temperaturze pokojowej wykazywała międzykrystaliczne pękanie, powierzchnie rozszczepienia i wgłębienia. Wskazuje to na plastycznokruchy sposób pękania. Jednak powierzchnia pęknięć próbek badanych w podwyższonej temperaturze, szczególnie 300 i 350°C, wykazywała znaczne wgłębienia, mniej powierzchni rozszczepienia i mikropęcherzyki, co wskazuje na bardziej plastyczny charakter pękania. Zwiększone odkształcenie plastyczne w wyższej temperaturze można przypisać ułatwionemu przemieszczaniu się dyslokacji w materiale, co pozwala na bardziej plastyczne zachowanie. Dodatkowo, obecność mikropęcherzyków na powierzchni pęknięcia wskazuje, że przed ostatecznym zniszczeniem dochodzi do zlokalizowanego odkształcenia i absorpcji energii, co dodatkowo potwierdza plastyczne zachowanie obserwowane w wyższych temperaturach.

Badania relaksacji wykazały szybki spadek poziomu naprężenia na początku procesu obciążania, przy czym najbardziej znacząca redukcja następowała w ciągu 2 godzin od początku obciążania, po czym następował stopniowy spadek w czasie. Może być to wynikiem szybkiej reorientacji dyslokacji w strukturze krystalicznej stopu w podwyższonych temperaturach. Dodatkowo, wyniki eksperymentalne wykazały, że szybkość relaksacji wzrasta wraz ze wzrostem temperatury.

Podobnie jak wskaźniki relaksacji, wskaźniki pełzania wykazywały również ciągły wzrost wraz z temperaturą. Wskazuje to, że materiał ulega ciągłemu odkształceniu plastycznemu pod stałym obciążeniem w podwyższonej temperaturze. Początkowe gwałtowne zmiany przypisano reorientacji dyslokacji w mikrostrukturze stopu. W miarę przemieszczania się dyslokacji, szybkość relaksacji i pełzania maleje, stopniowo osiągając stan ustalony. Dopasowane krzywe dobrze opisują dane eksperymentalne, potwierdzając, że wyznaczone parametry modelu SLSM z dobrym przybliżeniem opisują relaksację i pełzanie stopu w różnych temperaturach.

Analiza mikrostrukturalna przeprowadzona przy użyciu LM i SEM ujawniła równomierny jednorodny rozkład cząstek SiC w osnowie aluminiowej, podkreślając równomierne rozproszenie umocnienia w materiale. Ponadto obserwacja SEM wykazała silne wiązanie międzyfazowe między osnową a cząstkami.

Próba rozciągania i pomiar twardości wykazały poprawę właściwości mechanicznych kompozytu. Próby rozciągania przeprowadzono w różnych temperaturach (temperatura pokojowa, 150, 200, 250, 300 i 350°C). Materiał kompozytowy wykazywał wyższą wytrzymałość na rozciąganie i granicę plastyczności w porównaniu do niewzmocnionego stopu we wszystkich temperaturach testowych. Wskazuje to, że kompozyt może wytrzymać większe obciążenia niż stop nieumocniony. Ponadto kompozyt wykazywał wyższy moduł Younga.. Kompozyt wykazywał jednak niższą ciągliwość w porównaniu do niewzmocnionego stopu, co wskazuje na niższą zdolność do odkształcania plastycznego w porównaniu ze stopem niewzmocnionym.

Pomiar twardości dodatkowo wykazał zwiększenie twardości kompozytu umocnionego cząstkami SiC. Zaobserwowano znaczną poprawę twardości kompozytu o ok. 20% w porównaniu ze stopem nieumocnionym. Ten wzrost twardości może być spowodowany dyspersją cząstek SiC w osnowie.

Obserwacja fraktograficzna kompozytu ujawniła mniejsze wgłębienia i płaszczyzny rozszczepienia w porównaniu ze stopem nieumocnionym, co wskazuje na niższy stopień plastyczności. Spadek plastyczności może być spowodowany silnym wiązaniem międzyfazowym między osnową a cząstkami wzmacniającymi. Plastyczność wzrasta wraz ze wzrostem temperatury od temperatury pokojowej do 150, 200, 250, 300 i 350°C. Wskazuje to na osłabienie i zerwanie wiązania międzyfazowego między cząstkami wzmacniającymi a osnową.

Połączony efekt zmęczenia i pełzania powoduje 65% spadek trwałości zmęczeniowej materiału. Sekwencja zmęczenia i pełzania skutkuje trwałością zmęczeniową wynoszącą $3,5 \times 10^4$ cykli, co stanowi 65% spadek w porównaniu z wyłącznym testem zmęczeniowym. Taka kombinacja obciążeń prowadzi do pęknięcia próbki podczas czwartego i piątego etapu zmęczenia.

Połączenie obciążeń zmęczeniowych i pełzania przyspiesza degradację materiału poprzez mechanizmy takie jak propagacja pęknięć i degradacja granic ziaren, co skutkuje skróceniem trwałości rozumianej jako czas do zniszczenia. Sekwencyjne stosowanie obciążeń cyklicznych i długotrwałego naprężenia podczas fazy pełzania powoduje zmiany mikrostrukturalne, prowadzące do przedwczesnego zniszczenia. Analiza fraktograficzna uszkodzonych próbek ujawniła obecność pęknięć zmęczeniowych i pustek pełzaniowych, które wskazują na mechanizm uszkodzenia materiału w połączonych warunkach obciążenia.

Pęknięcia zmęczeniowe występują w kompozycie Al-Si/SiCP w wyniku tworzenia się mikropęknięć, a następnie rozszczepienie między osnową Al a cząstkami wzmacniającymi SiC. Powierzchnia pęknięcia zmęczeniowego kompozytu wykazuje liczne płytkie wgłębienia, puste przestrzenie i płaszczyzny rozszczepienia, co wskazuje na mieszany plastyczno-kruchy sposób pękania.

W podwyższonych temperaturach łatwa utrata spójności pomiędzy cząstka wzmocnienia i osnowy spowodowana niedopasowaniem współczynnika rozszerzalności cieplnej dodatkowo osłabia materiał, ułatwiając propagację pęknięć zmęczeniowych. Powoduje to dalsze osłabienie materiału i umożliwia propagację pęknięcia zmęczeniowego wzdłuż styku między osnową a cząstkami.

Zachowanie podczas pękania próbek kompozytowych Al-Si/SiCp analizowano za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) po poddaniu ich pełzaniu w temperaturze 250°C.

Analiza powierzchni pęknięcia próbki w wyniku pełzania wykazała międzykrystaliczny tryb pękania, z wgłębieniami i pustkami na powierzchni pęknięcia prawdopodobnie spowodowanymi tworzeniem się mikropęknięć wokół cząstek SiC. Wgłębienia te są jednak mniej widoczne przy pełzaniu w porównaniu do badań zmęczeniowych.

Zmęczenie połączone z pełzaniem doprowadziło do większego udziału pękania międzykrystalicznego i większej gęstości pęknięć wtórnych, co wskazuje na bardziej złożony

mechanizm zniszczenia w porównaniu z obciążeniem zmęczeniowym. Fraktografia próbki ujawniła wgłębienia powierzchniowe i pęknięcia cząstek SiC. Sugeruje to, że w warunkach obciążenia (zmęczenie z pełzaniem) występują zarówno plastyczne, jak i kruche mechanizmy pękania. Sekwencyjne obciążenie relaksacyjne zmęczeniowo-naprężeniowe w temperaturze 250°C spowodowało pierwotne i wtórne pęknięcia wokół cząstek SiC, z mikropęknięciami i odspajaniem cząstek SiC. Okresy relaksacji po cyklach zmęczeniowych mogły pogorszyć spójność materiału i ułatwić odrywanie się cząstek SiC od osnowy aluminiowo-krzemowej.

Połączony wpływ relaksacji naprężenia, pełzania i zmęczenia spowodował znaczny spadek trwałości materiału. W sekwencji zmęczenia i pełzania materiał wytrzymał około 35% swojej pełnej trwałości w warunkach badań zmęczeniowych. Podobnie, materiał zachowywał się w badaniach połączonego zmęczenia i relaksacji (wytrzymał około 30% swojej pełnej trwałości zmęczeniowej). Spadek ten jest prawdopodobnie spowodowany zmianami strukturalnymi podczas sekwencji obciążenia.