

УДК 669.3:539.89:539.25

Анализ спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ

Т. Н. Конькова*, С. Ю. Миронов^{*,**}, А. В. Корзников*, М. М. Мышляев^{†,‡}

*Учреждение Российской академии наук Институт Проблем Сверхпластичности Металлов РАН, 450001, Уфа, ул. Халтурина, 39, Россия

**Университет Тохоку, Департамент Обработки Материалов, Высшая Школа Инженеров, Сендай, Арамаки-аза-Аоба, 6-6-02, 980-8579, Япония

†Учреждение Российской академии наук Институт Металлургии и Материаловедения им. Байкова РАН, 119991, Москва, Ленинский проспект, 49, Россия

‡Учреждение Российской академии наук Институт Физики Твердого Тела РАН, 142432, Московская обл., Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2, Россия.

Рассмотрен метод анализа спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ. Показано, что этот способ является эффективным при изучении эволюции зеренной структуры в ходе деформации, рекристаллизации и роста зерен.

Ключевые слова: Спектр разориентировок; Удельная поверхность границ разориентаций

1. Введение

Границы разориентации являются одним из важнейших элементов структуры поликристаллических материалов. Согласно современным представлениям, наличие в материале “критической массы” границ с той или иной разориентировкой может принципиально влиять на его поведение в условиях деформации, отжига или коррозии. С другой стороны, анализ

особенностей спектра разориентаций этих границ может быть очень важен для более глубокого понимания процессов формирования зеренной структуры и, таким образом, для их более эффективного контроля. Как следствие, характеристика спектра разориентировок постепенно становится в материаловедении такой же необходимой операцией при аттестации микроструктуры как измерение размеров зерен.

Один из первых способов описания спектра разориентировок был основан на учете *количества* границ. В этом случае под единичной границей подразумевается участок поверхности, разделяющий два смежных зерна и находящийся между двумя тройными стыками (на шлифе). Данный способ обычно используется в просвечивающей электронной микроскопии, где он позволяет выявить ряд важнейших закономерностей эволюции структуры [например, 1]. Однако его серьезным недостатком является нечувствительность к анизотропии зеренной структуры, поскольку он никак не учитывает разницу в площади поверхности анализируемых границ. Кроме того, в некоторых случаях разориентировка может быть переменной вдоль границы (например, вследствие внутренних напряжений в зернах), и, таким образом, использование данного подхода может быть затруднительным.

Поскольку энергия границ непосредственно связана с площадью их поверхности, более физически оправданным представляется метод описания спектра разориентировок на основе *протяженности* границ. В этом случае длина границ с той или иной разориентировкой относится к общей протяженности границ на шлифе. Данный способ является методически более сложным, но зато более универсальным. Он используется, в частности, при автоматическом анализе картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD).

Следует подчеркнуть, что удельная доля границ, фигурирующая в двух вышеописанных способах анализа спектра разориентировок, является безразмерной величиной. Это удобно при сравнении экспериментальных данных с модельными спектрами - например, произвольным распределением или распределением, выведенным на основе текстуры. Однако в этом случае спектр разориентировок не несет в себе никакой информации о степени *разветвленности* сети границ в структуре. В частности, спектры разориентировок крупно- и мелкозернистого материалов могут быть практически одинаковыми. Это может затруднить адекватную интерпретацию как самой микроструктуры, так и процессов её формирования.

В этой связи представляется целесообразным относить длину границ с той или иной разориентировкой не к общей протяженности границ на шлифе, а к площади шлифа. Получающаяся в этом случае *удельная поверхность* с размерностью м^{-1} (в системе СИ) способна, среди прочего, характеризовать разветвленность зернограницной сети в объеме материала.

Данный метод уже описан в литературе [например, 2] и, таким образом, он не является оригинальной идеей авторов этой статьи. Однако, как следует из анализа литературы, он не очень широко используется на практике. В данной работе мы попытаемся заострить внимание читателей на преимуществах данного способа анализа спектра разориентировок. С этой целью мы продемонстрируем его потенциал при изучении процессов деформации, рекристаллизации и роста зерен.

2. Материал и методика эксперимента

Все результаты, представленные в данной статье, были получены в рамках исследовательского проекта по оценке целесообразности использования криогенных деформаций для формирования

нанокристаллической структуры в технически чистой (99,9%) меди М1. Более подробное описание экспериментов дано в работах [3-8]. Во всех случаях для характеристики микроструктуры использовался EBSD-анализ. Ввиду экспериментальной погрешности этого метода, все малоугловые границы с разориентировкой менее 2° были исключены из рассмотрения. В качестве критерия мало- и большеугловых границ (МУГ и БУГ соответственно) использовалась разориентировка 15° . На всех EBSD картах, приведенных в статье, МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Деформация

Деформация осуществлялась посредством одноосной осадки на 88% по высоте при криогенной температуре. Подробности методики эксперимента изложены в работах [3,4]. Микроструктурные исследования проводились в продольном сечении центральной (наиболее деформированной) части образцов. Фрагменты EBSD карт исходного и деформированного состояний приведены на рис. 1. Как следует из рисунка, осадка привела к значительному сжатию исходных зерен в соответствии с геометрическими условиями деформации и формированию внутри них развитой субструктуры.

Несмотря на очевидность микроструктурных изменений на рис. 1, распределение границ по углам разориентировки, построенное с учетом протяженности границ (рис. 2, а), не выявило большой разницы между исходным и деформированным материалом. Уместно отметить лишь некоторое перераспределение границ в малоугловой части спектра и исчезновение двойникового пика около 60° . Последний эффект очевидно связан с деформационным разрушением двойников отжига, присутствующих в исходной структуре.

С другой стороны, спектр разориентировок, полученный с учетом удельной поверхности границ (рис. 2, б), представляется гораздо более чувствительным к структурным изменениям. Значительное увеличение удельной поверхности МУГ отвечает интенсивному формированию границ деформационного происхождения внутри зерен и росту угла разориентации на них. С другой стороны, однородное возрастание удельной поверхности БУГ в широком интервале углов разориентации от 15° до $\sim 60^\circ$ отражает сжатие исходных зерен и, как следствие, увеличение протяженности их границ в исследованном продольном сечении осаженного образца.

Одновременный прирост площади как МУГ, так и БУГ привел к тому, что относительные доли этих границ не изменились существенно, и поэтому эти структурные изменения оказались незаметными для метода, основанного на протяженности границ (рис. 2, а). С другой стороны, способ, основанный на удельной поверхности границ (рис. 2, б), отражает любые изменения их протяженности на шлифе и поэтому представляется более гибким.

3.2. Деформация и последующая рекристаллизация

Исходный материал (рис. 1, а) был прокатан при криогенной температуре до степеней деформации 50% и 93%, после чего хранился при комнатной температуре в течение $\sim 1,5$ лет перед изучением структуры. Более подробно методика эксперимента изложена в работах [5,6]. Микроструктурные наблюдения осуществлялись в плоскости прокатки.

Фрагменты EBSD карт прокатанных образцов приведены на рис. 3. Деформация на 50% обжатия (рис. 3, а) привела к геометрическому сжатию исходных зерен в плоскости прокатки и формированию внутри них развитой сети МУГ. Также следует отметить образование механических двойников (пример показан стрелкой). Иными словами, имеет место типичная структура

холодной деформации. Материал после 93% прокатки и длительной выдержки при комнатной температуре (рис. 3, б) характеризуется качественно иной микроструктурой. Вдоль границ крупных деформированных вытянутых зерен имеет место формирование мелких равноосных зерен, свободных от субграниц. Как известно, криогенно деформированная медь склонна к рекристаллизации в ходе длительного пребывания на воздухе [9,10], и, таким образом, обнаруженный эффект может быть трактован как следствие частичной статической рекристаллизации.

Распределение границ по углам разориентировки, построенное на основе протяженности границ, показано на рис. 4, а. Как следует из рисунка, прокатка на 50% деформации способствовала значительному увеличению доли МУГ и сопровождалась уменьшением доли двойниковых границ (образующих пик около 60°). Прокатка на 93% деформации и последующая рекристаллизация привели к сокращению общей доли МУГ. Также имело место перераспределение границ в малоугловой части спектра: фракция МУГ с разориентировкой 2° - 5° уменьшилась, а с 10° - 15° – возросла. Эти наблюдения могут быть трактованы в рамках постепенного увеличения угла разориентации на МУГ и их постепенного превращения в БУГ. Иными словами, эволюция спектра разориентировок позволяет предположить протекание рекристаллизации “in-situ”.

Спектр разориентировок, полученный на основе удельной поверхности границ, приведен на рис. 4, б. Прокатка на 50% привела к увеличению удельной поверхности границ с разориентировкой от 2° до $\sim 20^\circ$. Данный факт свидетельствует об интенсивном формировании границ деформационного происхождения и о превращении части МУГ в БУГ. Также уместно упомянуть некоторое уменьшение удельной поверхности 30° - 55° границ. Это связано с геометрическим сжатием исходных зерен и, таким

образом, уменьшением суммарной протяженности их границ в плоскости прокатки. Следует подчеркнуть рост удельной поверхности двойниковых границ, отражающий активизацию механического двойникового при криогенной температуре.

Прокатка на 93% деформации и последующая рекристаллизация привели к дальнейшему увеличению удельной поверхности 10° - 15° границ. Это подтверждает протекание рекристаллизации по механизму “in situ”. С другой стороны, также имело место сокращение удельной поверхности 2° - 6° границ. Исчезновение границ из структуры представляется наиболее уместным связать с их поглощением мигрирующими границами зерен, то есть, с прерывистой рекристаллизацией. В этой связи важно отметить, что удельная поверхность границ зерен в широком интервале углов разориентировки $\sim 15^{\circ}$ - 55° существенно возросла. Поскольку микроструктура исследовалась в плоскости прокатки, то увеличение деформации до 93% должно было бы привести к дальнейшему сжатию зерен и, как следствие, сокращению их удельной поверхности, как отмечалось выше. С другой стороны, наблюдаемый рост протяженности границ (рис. 4, б) можно объяснить формированием “языков” вдоль границ зерен, их последующим превращением в зародыши рекристаллизации и, таким образом, формированием частично рекристаллизованной структуры, наблюдаемой на рис. 3, б. Исходя из этого, можно заключить, что именно прерывистая рекристаллизация вносила основной вклад в эволюцию зеренной структуры. В этой связи некоторое увеличение удельной поверхности двойниковых границ после обжатия на 93% обусловлено формированием двойников отжига.

Таким образом, анализ спектра разориентировок с учетом удельной поверхности границ представляется более информативным при изучении рекристаллизации, чем метод, основанный на протяженности границ.

3.3. Рост зерен

Исходный материал (рис. 1, а) был подвергнут сдвигу под высоким давлением при криогенной температуре. Деформация включала в себя 20 последовательных поворотов наковальни по- и против часовой стрелки на угол 45° . На середине радиуса образца накопленная истинная деформация была оценена как $\epsilon \sim 8,4^1$. Подробности методики эксперимента описаны в работах [7,8]. Микроструктурные исследования осуществлялись в плоскости сдвига на середине радиуса заготовки и проводились дважды - спустя 2 недели и 11 месяцев после деформации. Как отмечалось выше, структура криогенно деформированной меди является нестабильной в условиях длительной выдержки при комнатной температуре [9,10]. Поэтому исследованные состояния были условно обозначены как “деформированное” и “отожженное”.

Фрагменты EBSD карт обоих исследованных состояний приведены на рис. 5. Деформированный материал (рис. 5, а) характеризуется относительно однородной мелкозернистой структурой. Однако после 11 месяцев пребывания при комнатной температуре зеренная структура принципиально изменилась (рис. 5, б). Её характерной чертой является появление anomalно крупных зерен на фоне мелкозернистой матрицы. Данный эффект был трактован как anomalный рост зерен [8]. Кроме селективного роста отдельных кристаллитов имело место также небольшое укрупнение зерен

¹ Данный эксперимент был выполнен в Forshungszentrum Karlsruhe, г. Карлсруэ, Германия.

матрицы, хотя этот эффект менее очевиден на рисунке (то есть наблюдался и нормальный рост зерен).

Несмотря на качественный характер изменений зеренной структуры на рис. 5, распределение по углам разориентировки, построенное на основе протяженности границ (рис. 6, а), не выявило большой разницы в структуре деформированных и отожженных состояний. Уместно отметить лишь существенное увеличение доли двойниковых границ, связанное, как отмечалось выше, с формированием двойников отжига.

Спектр разориентаций, полученный с учетом удельной поверхности границ, представляется более чувствительным к структурным изменениям. Выявленное сокращение удельной поверхности БУГ в широком интервале углов разориентировки от 15° до $\sim 55^\circ$ связано с ростом зерен и, как следствие, уменьшением суммарной протяженности их границ на одной и той же площади шлифа. С другой стороны, понижение удельной поверхности МУГ обусловлено их поглощением мигрирующими границами зерен, как отмечалось выше.

Таким образом, метод анализа спектра разориентировок, основанный на удельной поверхности границ, представляется более информативным также и при изучении процесса роста зерен.

4. Заключение

В данной работе обсуждались различные методы анализа спектра разориентировок. Показано, что способ, основанный на учете удельной поверхности границ, является очень чувствительным к любым изменениям зеренной структуры и, таким образом, может быть очень информативным при изучении процессов деформации, рекристаллизации или роста зерен.

Авторы признательны профессору Салищеву Г.А. за идею проекта по изучению криогенных деформаций меди, в рамках которого была выполнена данная работа. Они также благодарны к.т.н. Галееву Р.М. и к.т.н. Валиахметову О.Р. за предоставление исходного материала для исследований, а также к.ф.-м.н. Даминову Р.Р. за помощь в осуществлении криогенной осадки и криогенной прокатки. Кроме того, авторы очень признательны Forshungszentrum Karlsruhe (Германия) в лице профессора Н.-J. Fecht, Dr. Julia Ivanisenko и Kurmanaeva Lilia за предоставленное оборудование и помощь при проведении эксперимента по криогенному сдвигу под высоким давлением.

Список литературы

1. **Рыбин В.В.** Большие пластические деформации и разрушение металлов // М.: Металлургия. 1986. 224 с.
2. **Wheeler J., Jiang Z., Prior D.J., Tullis J., Drury M.R., Trimby P.W.** From geometry to dynamics of microstructure: using boundary lengths to quantify boundary misorientations and anisotropy // Tectonophysics. 2003. 376. P. 19-35.
3. **Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В.** Влияние криогенной осадки на микроструктуру катаной мелкозернистой меди // Производство проката. 2009. № 9. С. 6-12.
4. **Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В.** Измельчение зерен в меди посредством криогенной деформации // Металловедение и термическая обработка металлов. 2011. № 2(668). С. 46-51.
5. **Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В.** Влияние низкотемпературной прокатки на структуру меди // ФММ. 2010. Т. 110. № 4. С. 336-348.
6. **Konkova T., Mironov S., Korznikov A., and Semiatin S.L.** Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling // Acta Mater. 2010. 58. P. 5262-5273.

7. **Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В.** Об эффективности криогенной деформации для измельчения микроструктуры меди // Физическая мезомеханика. 2011. Т. 14. № 1. С. 83-92.
8. **Konkova T., Mironov S., Korznikov A., and Semiatin S.L.** Microstructure instability in cryogenically deformed copper // Scripta Mater. 2010. 63. P. 921-924.
9. **Meingelberg H.D., Meixner M., Lucke K.** The kinetics of the recrystallization of copper deformed at low temperatures // Acta Metal. 1965. 13. P. 835-844.
10. **Гиндин И.А., Лазарев Б.Г., Стародубов Я.Д., Лазарева М.Б.** О низкотемпературной рекристаллизации меди, прокатанной при 77 и 20°К // ДАН СССР. 1966. 171. С. 552-554.

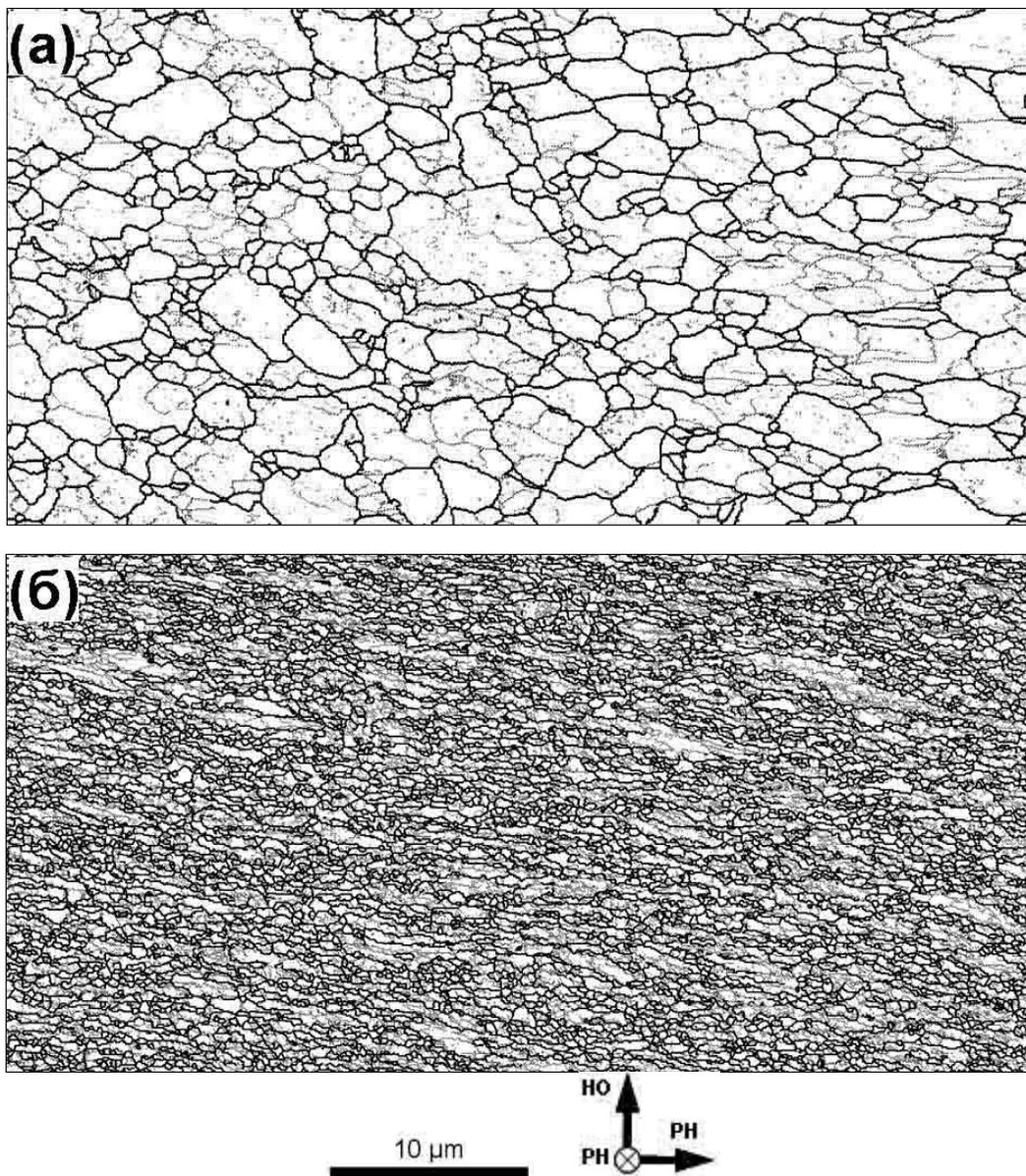


Рис. 1. Фрагменты EBSD карт микроструктуры исходного состояния (а) и образца после однократной осадки на 88% по высоте при криогенной температуре (б). МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями. НО – направление осадки, РН – радиальное направление.

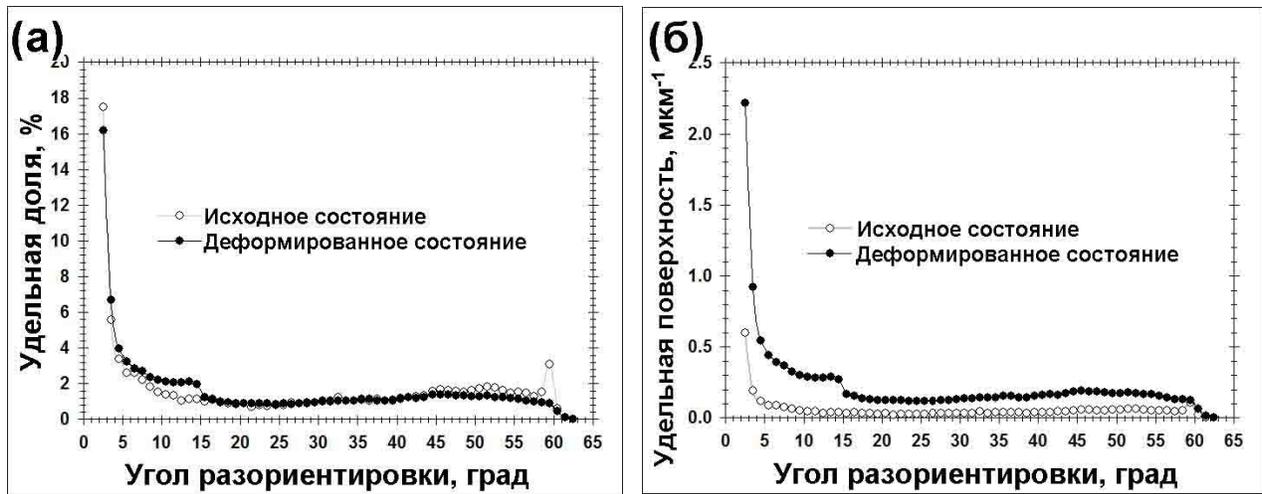


Рис. 2. Распределения границ по углам разориентировки в исходном и деформированном состояниях, построенные с учетом протяженности границ (а) и удельной поверхности границ (б).

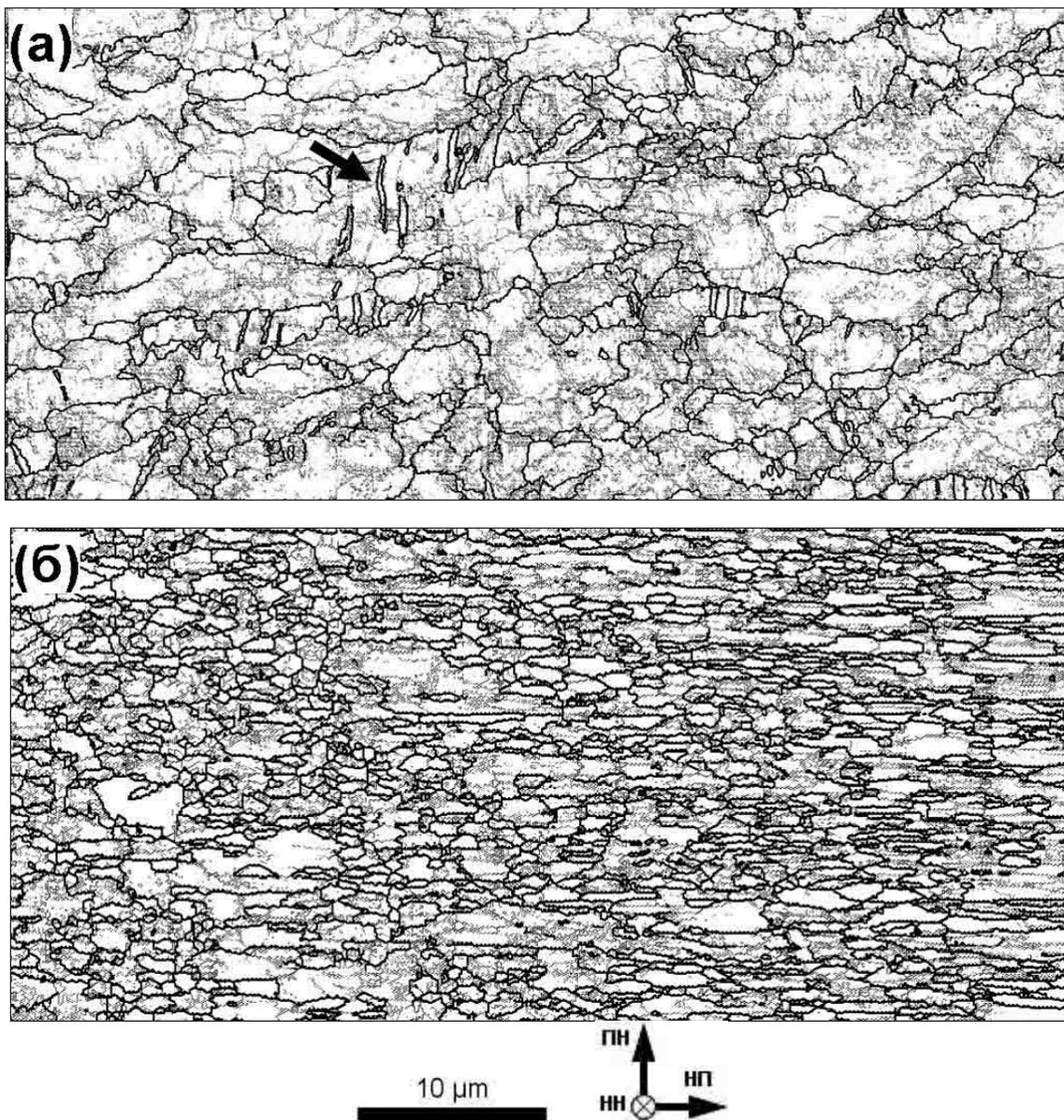


Рис. 3. Фрагменты EBSD карт микроструктуры после криогенной прокатки на 50% обжатия (а) и 93% обжатия (б). МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями. Подробности даны в тексте статьи. НП – направление прокатки, ПН – поперечное направление, НН – направление нормали к плоскости прокатки.

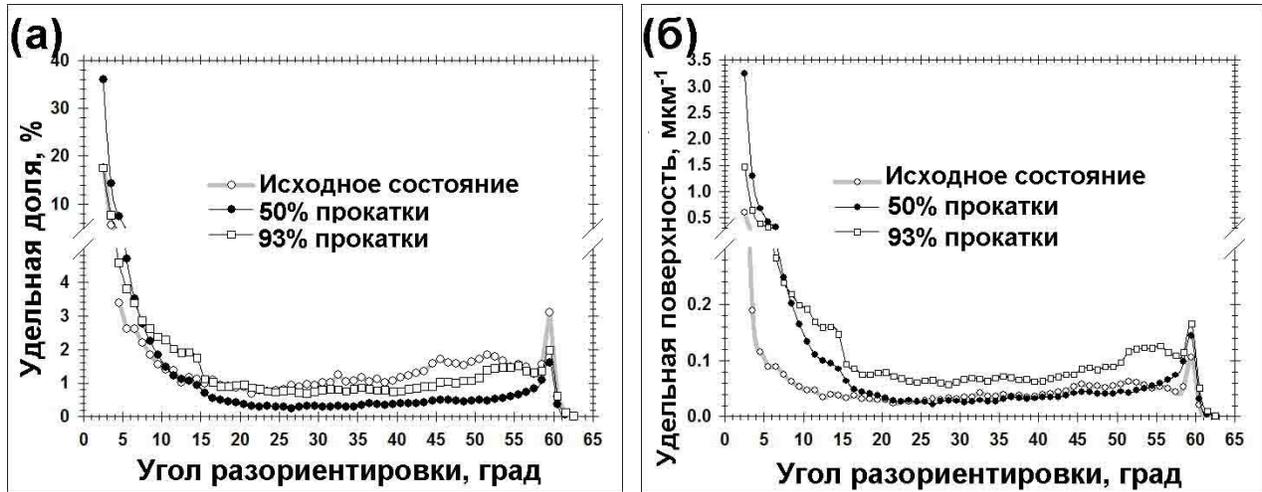


Рис. 4. Распределения границ по углам разориентировки в исходном, деформированном и рекристаллизованном состояниях, построенные с учетом протяженности границ (а) и удельной поверхности границ (б). Подробности даны в тексте статьи.

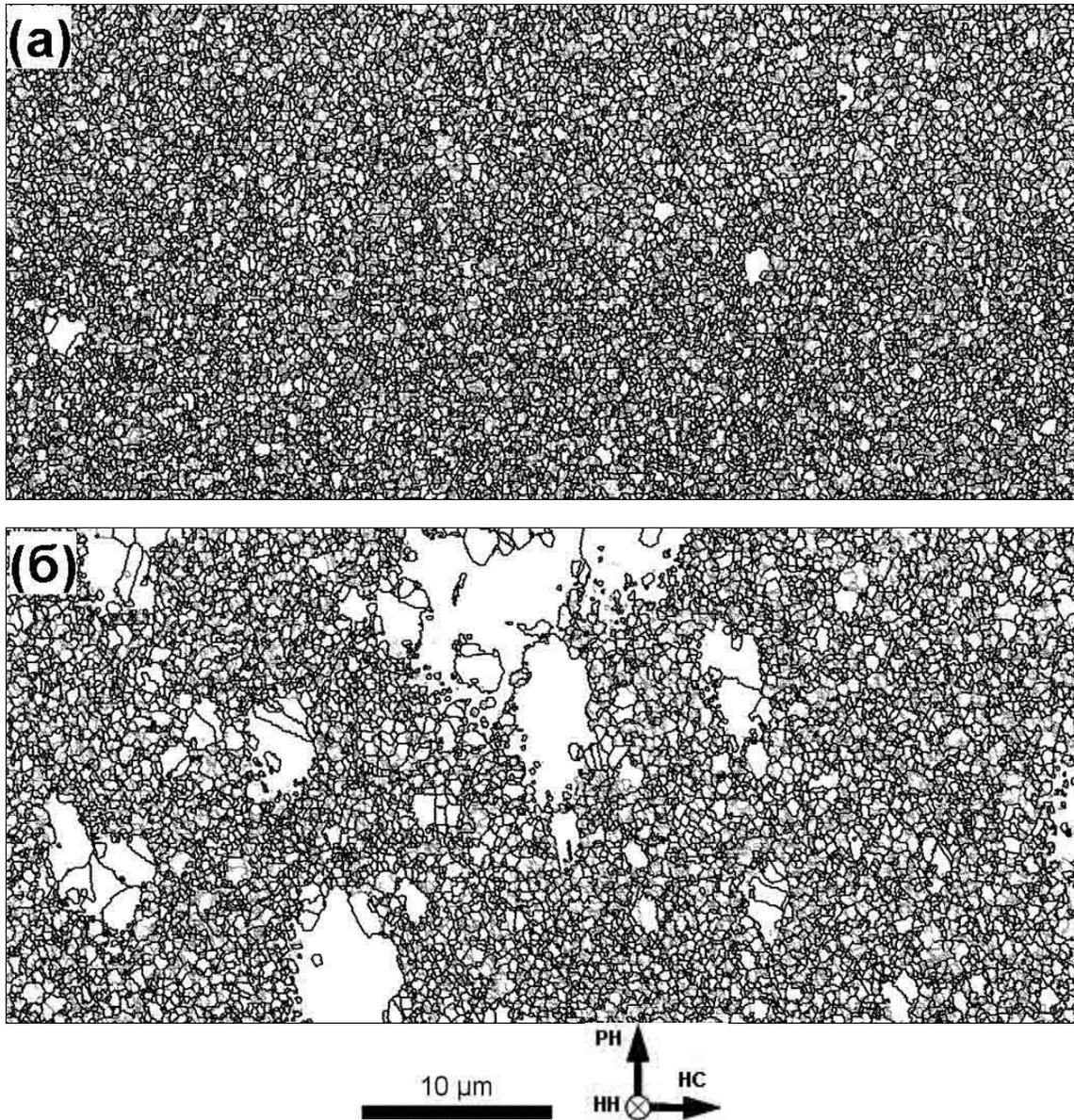


Рис. 5. Фрагменты EBSD карт микроструктуры после криогенной деформации сдвигом под высоким давлением (а) и последующего 11-месячного “отжига” при комнатной температуре (б). МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями. Подробности даны в тексте статьи. РН – радиальное направление, НС – направление сдвига, НН – направление нормали к плоскости сдвига.

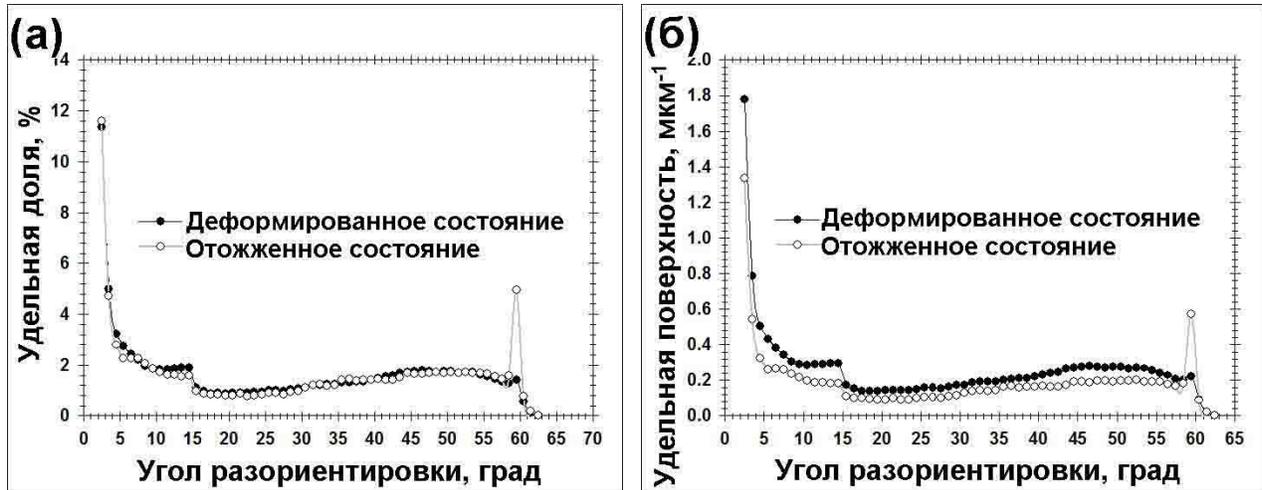


Рис. 6. Распределения границ по углам разориентировки в деформированном и отожженном состояниях, построенные с учетом протяженности границ (а) и удельной поверхности границ (б). Подробности даны в тексте статьи.