

Об эффективности криогенной деформации для измельчения микроструктуры меди

Т. Н. Конькова¹, С. Ю. Миронов^{1,2}, А. В. Корзников¹

¹*Учреждение Российской академии наук Институт Проблем Сверхпластичности
Металлов РАН, 450001, Уфа, ул. Халтурина, 39, Россия*

²*Университет Тохоку, Департамент Обработки Материалов, Высшая Школа
Инженеров, 980-8579, Сендай, Арамаки-аза-Аоба, 6-6-02, Япония*

УДК 669.3:539.89:539.25

Проведено сравнительное исследование микроструктур, сформировавшихся в технически чистой меди после одинаковых деформаций при комнатной температуре и температуре жидкого азота. Установлено, что при относительно небольших пластических деформациях (осадка, $\epsilon \sim 1.0$) криогенная температура способствует активизации механического двойникования и несколько интенсифицирует процесс формирования границ деформационного происхождения. При использовании же больших пластических деформаций (сдвиг под высоким давлением, $\epsilon \sim 8.4$) эффект криогенного нагружения при измельчении микроструктуры очень мал.

Ключевые слова: Криогенная деформация; Медь; Измельчение микроструктуры; Микроструктура; Текстура

Keywords: Cryogenic deformation, Copper, Microstructure refinement, Microstructure, Texture

1. Введение

Интерес к криогенным деформациям, который наблюдается в последнее время в материаловедении [1-7], обусловлен, в основном, надеждой на существенное повышение эффективности деформационной обработки для получения субмикро- и нанокристаллических (СМК и НК) материалов. Предполагается, что очень низкие температуры деформации должны подавить процессы динамического

возврата/рекристаллизации, повысить плотность дислокаций и стимулировать механическое двойникование (даже в кубических металлах [5, 6]), ускорив, тем самым, измельчение зеренной структуры.

Следует отметить, однако, что понижение температуры деформации может затруднить термоактивированное поперечное скольжение дислокаций и, таким образом, замедлить формирование границ деформационного происхождения. Некоторые косвенные признаки этого эффекта отмечены в литературе. Например, в работе [8] обнаружено отсутствие III стадии деформационного упрочнения (характеризующейся образованием ячеистой структуры) при криогенном растяжении меди. С другой стороны, при криогенной прокатке алюминия зафиксировано формирование “текстуры латуни” [1], которая в кубических металлах часто ассоциируется с подавлением поперечного скольжения. В этой связи радикальное понижение температуры деформации уже не представляется однозначно положительным с точки зрения формирования СМК и НК структур.

Хотя при исследовании материалов, деформированных при температуре жидкого азота или гелия, обычно и отмечается существенное измельчение зерен [1-6], эффективность криогенной деформации по сравнению, например, с аналогичной деформацией при комнатной температуре не всегда очевидна. В связи с этим, в данной работе была поставлена задача проведения сравнительного анализа микроструктур, сформировавшихся после одинаковых деформаций при комнатной температуре и температуре жидкого азота.

2. Материал и методика эксперимента

В качестве материала исследования использовалась технически чистая (99.9%) медь марки М1. Поставленный горячекатаный пруток был подвергнут предварительной интенсивной пластической “abc” деформации в интервале температур 500-300°C [9]. В

результате обработки в материале сформировалась приблизительно равноосная зеренная микроструктура со средним размером зерен ~ 1.7 мкм, долей большеугловых границ $\sim 59\%$ и слабой кристаллографической текстурой куба. Полученное состояние было принято за исходное.

Для выявления влияния криогенной температуры на структурообразование при относительно небольших степенях деформации материал был подвергнут одноосной осадке примерно на 65% по высоте ($e \sim 1.0$) на воздухе и в среде жидкого азота (в специально сконструированном штампе). Призматические образцы размерами $6 \times 5 \times 5$ мм³ были вырезаны из исходных поковок и осажены на универсальной испытательной машине “Schcnck” при постоянной скорости движения траверсы 1 мм/мин.

Для оценки эффекта низких температур при *больших* пластических деформациях материал был подвергнут сдвигу под высоким давлением при комнатной температуре и в криогенных условиях. Образцы в форме дисков диаметром 10 мм и **начальной** толщиной 2 мм были деформированы на универсальной испытательной машине “Schcnck” при приложенном давлении 4.5 ГПа¹. Деформация включала в себя 20 последовательных поворотов наковальни по- и против часовой стрелки на угол 45° и осуществлялась без боковой поддержки образцов (препятствующей вытеканию материала из-под наковален); в результате толщина образцов уменьшилась до ~ 100 мкм. Истинная накопленная деформация была оценена по формуле [10]:

$$e = \ln \sqrt{1 + \left(\frac{\varphi \times R}{h}\right)^2} + \ln\left(\frac{h_0}{h}\right) \quad (1)$$

где φ - угол поворота, R - радиус образца, h - конечная толщина образца и h_0 - начальная толщина образца. На середине радиуса истинная деформация составила $e \sim 8.4$. Во всех

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

случаях деформация проводилась в воздушной атмосфере; для обеспечения криогенных условий нагружения образцы, а также бойки охлаждались в среде жидкого азота в течение 20 мин перед нагружением. Теоретические оценки показали, что нагрев образцов и наковален перед началом деформации в результате естественной конвекции на воздухе составлял всего 6°C и 3°C соответственно. Согласно расчетам нагрев наковален на воздухе за время нагружения (~ 8 мин) составил всего около 37°C и, таким образом, предполагается, что криогенные условия деформации были, в целом, обеспечены.

Микроструктурные исследования осаженных образцов осуществлялись в центральной части продольного сечения. В случае сдвига под высоким давлением микроструктура изучалась в плоскости сдвига примерно на середине радиуса заготовки. Микроструктурный анализ проводился методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и методом анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD). Образцы для микроструктурных исследований подвергались предварительному шлифованию на абразивной бумаге и алмазной пасте и окончательной электрополировке. В случае EBSD образцы электрополировались в 70% растворе ортофосфорной кислоты H_3PO_4 в дистиллированной воде при комнатной температуре и напряжении 5 В. В случае ПЭМ электролит представлял собой 7% раствор той же самой кислоты, а приложенное напряжение составляло 4 В.

Для ПЭМ исследований были использованы микроскопы Philips CM30 и JEM-2000EX, работающие при ускоряющем напряжении 300 кВ и 160 кВ соответственно. EBSD-анализ проводился при помощи программного обеспечения TSL OIM™, установленного на сканирующем электронном микроскопе с полевым катодом Hitachi S-4300SE. Были получены EBSD карты, состоящие из ~ 100000 - 500000 пикселей и содержащие от нескольких сотен до полутора десятков тысяч зерен. Шаг сканирования (размер пикселя) варьировался от 25 до 250 нм. В целях минимизации ошибки каждая

электронограмма автоматически индцировалась по семи Кикучи-линиям. Доля успешно индцированных электронограмм составляла от 99.5% до 99.9% от их общего числа. Средняя величина коэффициента, характеризующего корректность индцирования электронограммы (так называемый, “confidential index”, CI [11]) варьировалась для различных EBSD карт от 0.14 до 0.36. Для сравнения, считается, что если этот коэффициент превышает величину 0.1, то доля корректно индцированных электронограмм составляет 95% [11]. С целью избавления от сомнительных результатов EBSD данные были подвергнуты автоматической корректировке: все мелкие зерна, состоящие из трех и менее пикселей, были автоматически удалены с EBSD карт, как не внушающие доверия. При вычислении разориентировки из всех кристаллографически эквивалентных её описаний использовалось описание с минимальным углом. Ввиду экспериментальной погрешности EBSD 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°. Размер структурных элементов (зерен/субзерен) определялся методом секущих.

С целью получения дополнительной информации о микроструктуре были также проведены измерения микротвердости по Виккерсу. Эксперимент осуществлялся при комнатной температуре и выполнялся при нагрузке 50 г и выдержке 10 с.

Необходимо подчеркнуть, что медь, подвергнутая большой деформации при криогенной температуре, может быть склонна к частичной рекристаллизации при длительном хранении при комнатной температуре [12-15]. В связи с этим, длительность нахождения материала на воздухе может быть важной при интерпретации структуры и свойств. Время пребывания криогенно деформированных образцов, использованных в представленном эксперименте, при комнатной температуре перед исследованием структуры и свойств приведено в табл. 1.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Микротвердость

Влияние температуры деформации на микротвердость представлено на рис. 1. Во всех случаях измерения микротвердости проводились через все сечение образцов – в радиальном направлении в случае осадки (рис. 1а) и вдоль диаметра после сдвига под высоким давлением (рис. 1б). Как следует из рисунков, распределение микротвердости является весьма неоднородным, что, скорее всего, связано со специфическим характером макроскопического пластического течения при использованных схемах нагружения.

В случае осадки (рис. 1а) криогенно деформированный материал, как и ожидалось, демонстрирует более высокий уровень прочности в зоне сосредоточенной деформации (центральная зона образца). После сдвига под высоким давлением, однако, микротвердость на периферийной (наиболее деформированной) части обоих образцов является сопоставимой (рис. 1б). Исходя из этого можно предположить, что понижение температуры до -196°C не повлияло существенно на измельчение зеренной структуры при большой пластической деформации.

3.2. Морфология микроструктуры и размер зерен

Фрагменты высокоразрешающих EBSD карт микроструктур всех исследованных состояний приведены на рис. 2. На этих картах МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями. Статистические данные о размерах зерен, полученные с полных EBSD карт (содержащих от ~ 700 до ~ 1200 зерен), показаны на рис. 3 и в табл. 2.

Микроструктура осаженных образцов (рис. 2а, б) характеризуется преобладанием зерен, сплюснутых в направлении сжатия и вытянутых в радиальном направлении. Данная морфология структуры, скорее всего, связана с геометрическим сплющиванием исходных зерен в ходе осадки. Внутри зерен имеет место довольно развитая система субграниц,

ориентированных преимущественно перпендикулярно оси сжатия. Следует отметить, что средний размер субзерен в криогенно деформированном материале несколько меньше, чем в образце после комнатной деформации (табл. 2) и это, возможно, свидетельствует о некоторой интенсификации процесса формирования границ деформационного происхождения.

Примечательной особенностью микроструктуры после криогенной деформации также является наличие микродвойников. Данный результат вполне соотносится с активизацией механического двойникования при криогенной деформации, отмеченного в литературе [5, 6]. Размеры микродвойников составляют $\sim 0.1 - 0.3$ мкм, и присутствие их существенной фракции в криогенно деформированном материале обуславливает несколько меньший средний размер зерен (табл. 2) и некоторые различия в распределениях зерен по размерам (рис. 3а, б). Впрочем, как вытекает из рис. 3в, удельный объём микродвойников очень мал.

Микроструктуры, сформировавшиеся в результате сдвига под высоким давлением, как при комнатной температуре (рис. 2в), так и в криогенных условиях (рис. 2г) в значительной мере подобны друг другу. В обоих случаях в микроструктуре преобладают примерно равноосные зерна со средним размером ~ 0.3 мкм (табл. 2) и очень схожими распределениями по размерам (рис. 3г, д) и по площадям сечений (рис. 3е). В обоих состояниях эти зерна содержат достаточно развитую субструктуру (рис. 2в, г), хотя криогенно деформированный материал и характеризуется несколько меньшим средним размером субзерен (табл. 2). Следует также отметить наличие в обеих микроструктурах отдельных относительно крупных (~ 1 мкм) зерен, практически не содержащих МУГ (примеры обведены на рис. 2в, г).

Суммируя вышесказанное, можно заключить, что понижение температуры до -196°C способствует некоторой интенсификации процессов измельчения микроструктуры

при относительно небольших деформациях (осадка, $\epsilon \sim 1.0$), но не играет существенной роли при больших пластических деформациях (сдвиг под высоким давлением, $\epsilon \sim 8.4$).

3.3. Тонкая структура

Типичные ПЭМ фотографии микроструктур осаженных образцов приведены на рис. 4; на всех снимках ось сжатия вертикальная. Как следует из сопоставления рис. 4а-б и рис. 4г-д, криогенно деформированный материал отличается наличием узких контуров экстинкции, свидетельствующих о существенных внутренних напряжениях и, следовательно, высокой тензорной плотности дислокаций. По сравнению с комнатной деформацией (рис. 4в) структура после криогенной осадки характеризуется также и более высокой скалярной плотностью дислокаций (рис. 4е); типичным дислокационным образованием являются не сетки (рис. 4в), а жгуты и клубки (рис. 4е). В качестве характерной черты микроструктуры можно также отметить механические двойники (пример **предполагаемого** двойникового² пакета выделен на рис. 4д).

С другой стороны, после сдвига под высоким давлением тонкая структура обоих образцов в значительной мере подобна друг другу (рис. 5). Интересно отметить, что в обоих случаях, на фоне сильно наклепанной микроструктуры выделяются отдельные зерна, практически не содержащие дислокаций и производящие впечатление рекристаллизованных (примеры обозначены стрелками на рис. 5); их происхождение не вполне понятно.

3.4. Спектр разориентировок

Спектры разориентировок, полученные с высокоразрешающих EBSD карт, суммированы на рис. 6 и в табл. 3. Следует подчеркнуть, что распределения границ по углам разориентировки, показанные на рис. 6, построены в не совсем обычной системе координат: удельная протяженность границ (мкм^{-1}) – угол разориентировки (град);

² Расшифровка электронограмм не проводилась.

удельная протяженность вычислялась как суммарная длина границ в том или ином интервале углов разориентировки на EBSD карте, отнесенная к площади EBSD карты. Как будет показано ниже, использование подобной метрики позволяет получить некоторую дополнительную информацию о процессах измельчения микроструктуры.

На рис. 6 видно, что удельная протяженность МУГ в криогенно деформированном материале больше, чем в соответствующих структурах после комнатной деформации. Данный результат коррелирует с меньшим размером субзерен (табл. 2) и также свидетельствует в пользу предположения об интенсификации процесса формирования границ деформационного происхождения в криогенных условиях. Об этом также косвенно говорит и несколько больший средний угол разориентировки МУГ в структурах после криогенной деформации (табл. 3), хотя и выявленная разница является весьма малозначительной и находится в пределах погрешности EBSD метода ($\sim 2^\circ$).

Криогенно осаженный материал характеризуется повышенной долей двойниковых разориентаций (табл. 3), обуславливающих пик возле 60° на распределении границ по углам разориентировки (рис. 6а). Этот результат отражает значительную фракцию микродвойников в данной микроструктуре и хорошо соотносится с литературными данными, отмечающими активизацию механического двойникования в меди при криогенной деформации [5, 6]. Следует отметить, впрочем, что общая доля двойниковых границ довольно мала – всего около 4% (табл. 3); это позволяет предположить, что механическое двойникование вряд ли играло ключевую роль в эволюции структуры. С увеличением степени накопленной деформации (сдвиг под высоким давлением, $\epsilon \sim 8.4$) доля двойниковых границ в криогенно деформированном материале уменьшается до 2% (табл. 3), что близко к уровню фона в ГЦК металлах [16]. Скорее всего, это означает постепенное подавление механического двойникования с развитием деформации, что является довольно хорошо известным явлением.

В этой связи не совсем понятна повышенная доля двойников в образце, подвергнутом сдвигу под высоким давлением при комнатной температуре (табл. 3, рис. 6б). Объяснение этого любопытного феномена выходит за рамки данной статьи, и здесь авторы только могут предположить, что он, возможно, связан с деформационным разогревом образца и сопутствующим протеканием динамической рекристаллизации. Как известно, миграция БУГ (например, в ходе рекристаллизации) в ГЦК металлах может приводить к появлению двойников отжига [16,17], что и могло отразиться на спектре разориентировок (табл. 3, рис. 6б).

3.5. Текстура

Текстурные данные, полученные с больших EBSD карт (содержащих от одного до полутора десятков тысяч зерен), показаны на рис. 7. В случае осадки (рис. 7а-в) текстура представлена в виде обратных полюсных фигур для оси сжатия, а в случае сдвига под высоким давлением (рис. 7г-е) – в виде прямых полюсных фигур (ППФ) {111} в системе координат: направление сдвига (НС) – направление нормали к плоскости сдвига (НН). Для сравнения на рис. 7 также приведены соответствующие эталоны текстур: теоретически рассчитанные по модели Тейлора и Закса текстуры меди, деформированной сжатием в условиях холодной деформации [18] (рис. 7а), а также компоненты идеальных текстур сдвига [19] (рис. 7г).

Как следует из рис. 7, криогенно деформированный материал характеризуется сравнительно более сильной текстурой, хотя этот эффект и уменьшается с накоплением деформации от осадки ($\epsilon \sim 1.0$) к сдвигу под высоким давлением ($\epsilon \sim 8.4$). Подобный результат был получен и на чистом алюминии [1], где он был интерпретирован как следствие исчезновения полос сдвига/сброса (размывающих текстуру) с понижением температуры деформации. Следует отметить, впрочем, что этот эффект может быть также связан и с подавлением поперечного скольжения, так как уменьшение числа действующих

систем скольжения (или активности некоторых из них) может способствовать интенсификации процесса формирования текстуры.

Из сопоставления эталонов текстур с экспериментальными данными на рис. 7а-в вытекает, что пластическое течение меди в ходе криогенной осадки было ближе к схеме Закса, а при комнатной температуре – к схеме Тейлора. Данный факт может также быть трактован в пользу гипотезы о подавлении поперечного скольжения в криогенных условиях. В этой связи можно допустить, что выявленная активизация процесса формирования границ деформационного происхождения при криогенной температуре (табл. 2, рис. 6) возможно обуславливается более высоким уровнем внутренних напряжений.

С другой стороны, текстуры, сформировавшиеся в материале после сдвига под высоким давлением - как при комнатной температуре (рис. 7д), так и в криогенных условиях (рис. 7е) - в значительной мере подобны друг другу. В обоих случаях текстура может быть описана в рамках суперпозиции $\langle 110 \rangle$ и $\{111\}$ частичных аксиальных текстурных компонент (рис. 7г). Следует подчеркнуть, что идеальные текстуры на рис. 7г были вычислены исходя из модели Тейлора [19]. Таким образом, понижение температуры до -196°C не повлияло принципиально на пластическое течение на этапе больших пластических деформаций, которое осуществлялось по схеме Тейлора.

4. Выводы

На этапе относительно небольших пластических деформаций (осадка, $\epsilon \sim 1.0$) криогенные температуры способствуют интенсификации процессов измельчения зерен за счет активизации процессов механического двойникования и формирования границ дислокационного происхождения. В условиях подавления термоактивированного поперечного скольжения дислокаций последний эффект, по всей видимости, связан с более высоким уровнем внутренних напряжений. В диапазоне же больших пластических

деформаций (сдвиг под высоким давлением, $\epsilon \sim 8.4$) эффект криогенного нагружения очень мал.

Авторы признательны к.т.н. Галееву Р.М. и к.т.н. Валиахметову О.Р. за предоставление исходного материала для исследований. Кроме того, авторы также хотели бы поблагодарить Forshungszentrum Karlsruhe (Германия) в лице профессора Н.-J. Fecht, Dr. Julia Ivanisenko и Kurmanaeva Lilia за предоставленное оборудование для эксперимента по сдвигу под высоким давлением и помощь в ПЭМ анализе микроструктуры.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] *Huang Y., Prangnell P.B.*, The effect of cryogenic temperature and change in deformation mode on the limiting grain size in a severely deformed dilute aluminium alloy, *Acta Mater.*, 56 (2008) 1619.
- [2] *Zahid G.H., Huang Y., Prangnell P.B.*, Microstructure and texture evolution during annealing a cryogenic-DPD processed Al-alloy with a nanoscale lamellar HAGB grain structure, *Acta Materialia*, 57 (2009) 3509.
- [3] *Panigrahi S.K., Jayaganathan R.*, A study on the mechanical properties of cryorolled Al-Mg-Si alloy, *Mater. Sci. Eng.*, 480 (2008) 299.
- [4] *Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В.* Интенсивная криогенная деформация меди // ФММ. - 2010. - Т. 109. - С. 184-189.

- [5] *Li Y.S., Tao N.R., Lu K*, Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures, *Acta Mater.*, 56 (2008) 230.
- [6] *Zhang Y., Tao N.R., Lu K*, Mechanical properties and rolling behaviors of nano-grained copper with embedded nano-twin bundles, *Acta Mater.*, 56 (2008) 2429.
- [7] *Estrin Y., Isaev N.V., Lubenets S.V., Malykhin S.V., Pugachov A.T., Pustovalov V.V., Reshetnyak E.N., Fomenko V.S., Fomenko L.S., Shumilin S.E., Janecek M., Hellmig R.J*, Effect of microstructure on plastic deformation of Cu at low homologous temperatures, *Acta Mater.*, 54 (2006) 5581.
- [8] *Hansen N. and Ralph B.*, The strain and grain size dependence of the flow stress of copper, *Acta Metall.*, 30 (1982) 411.
- [9] *Dobatkin S.V., Salischev G.A., Kuznetsov A.A., Kon'kova T.N*, Submicrocrystalline structure in copper after different severe plastic deformation schemes, *Materials Science Forum.*, 558-559 (2007) 189.
- [10] *Дегтярев М.В., Чащухина Т.И., Воронова Л.М., Давыдова Л.С., Пилюгин В.П.* Деформационное упрочнение и структура конструкционной стали при сдвиге под давлением // *ФММ.* - 2000. - Т. 90. - С. 83-90.
- [11] TSL. OIM Version 3.0. On-line help. Draper, UT: TSL; 2001.
- [12] *Meingelberg H.D., Meixner M. and Lucke K*, The kinetics of the recrystallization of copper deformed at low temperatures, *Acta Metal.*, 13 (1965) 835.

- [13] Гиндин И.А., Аксенов В.К., Борисова И.Ф., Стародубов Я.Д. Особенности низкотемпературной рекристаллизации меди // ФММ. - 1975. - Т. 39. -С. 88-93.
- [14] 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. - Т. 171. - С. 552-554.
- [15] Гиндин И.А., Стародубов Я.Д., Староплат М.П., Хаймович П.А. Особенности дефектной структуры меди, экструдированной при низких температурах // ФММ. - 1979. - Т. 48. - С. 1004-1009.
- [16] *Humphreys F.J. and Hatherly M*, Recrystallization and related phenomena, Elsevier. UK (2004) 574.
- [17] *Штремель М.А.* Прочность сплавов. Часть I. Дефекты решетки: учебник для вузов. 2-е изд., перераб . и доп. М.: МИСИС, 1999. 384 с.
- [18] *M'Guil S., Ahzi S., Youssef H., Baniassadi M., Gracio J.J*, A comparison of viscoplastic intermediate approaches for deformation texture evolution in face-centered cubic polycrystals, *Acta Mater.*, 57 (2009) 2496.
- [19] *Li S., Beyerlein I.J., Bourke M.A.M*, Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc metals: comparison with simple shear, *Mater. Sci. Eng.*, 394 (2005) 66.

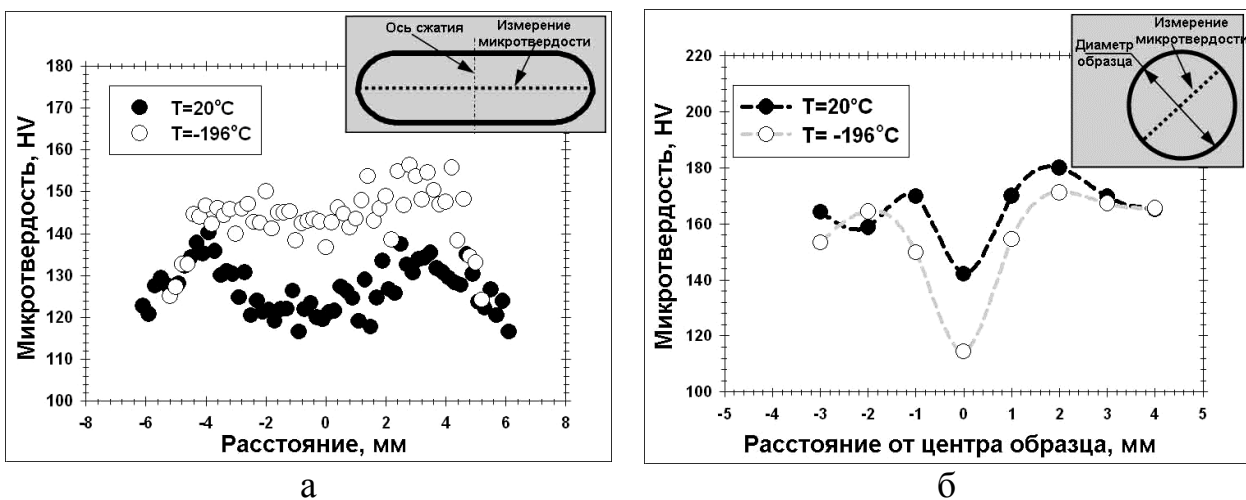


Рис. 1. Влияние температуры деформации на последующую микротвердость при комнатной температуре: (а) осадка, (б) сдвиг под высоким давлением.

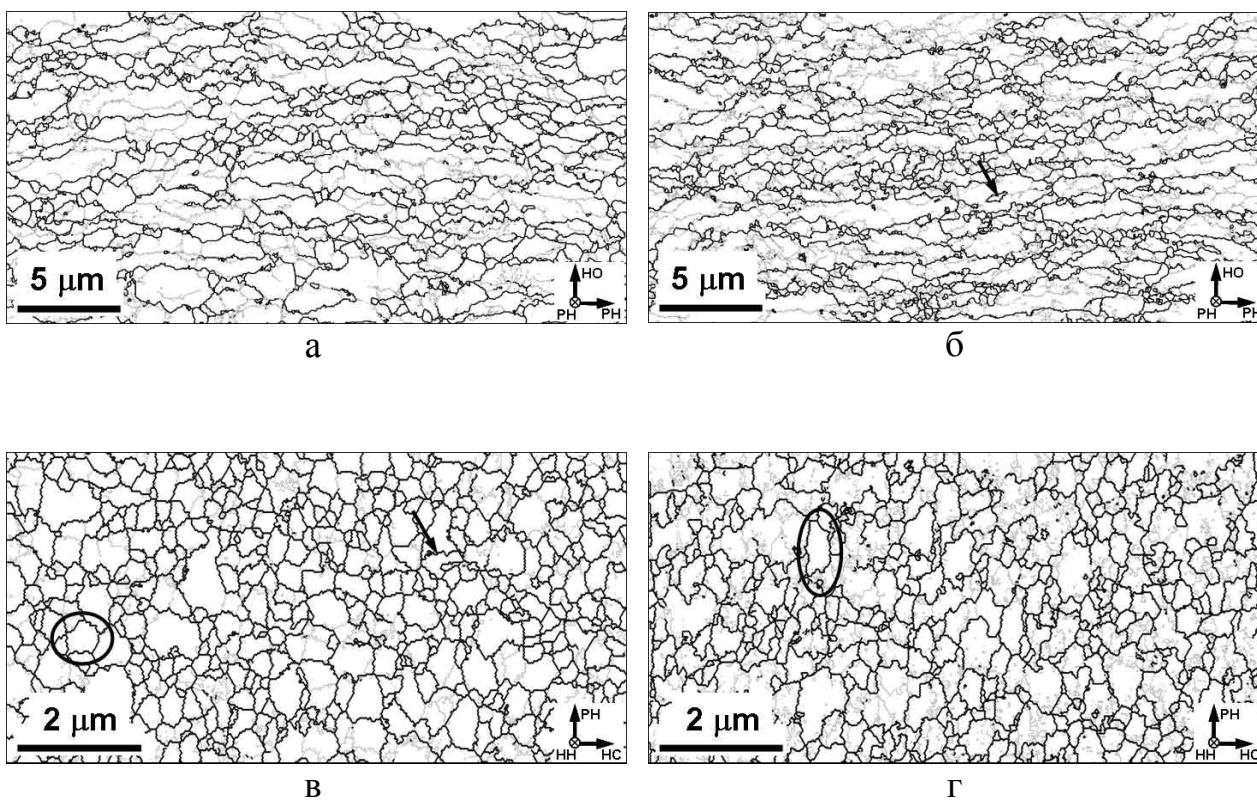
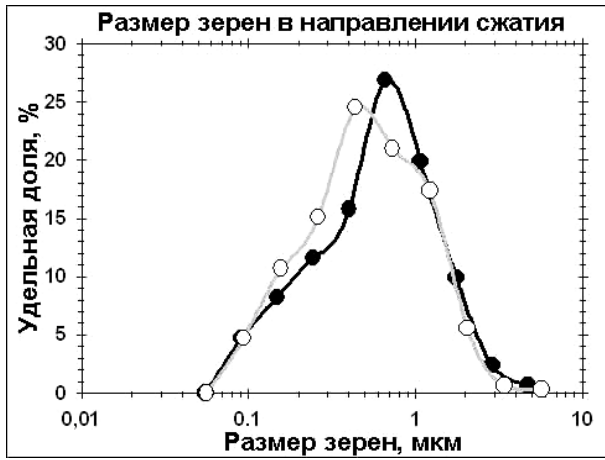
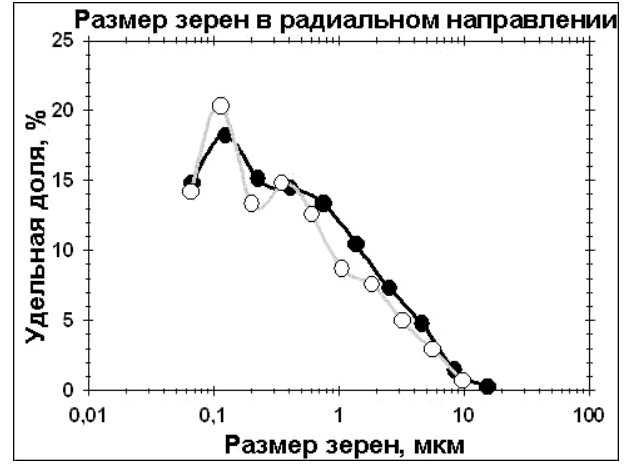


Рис. 2. Фрагменты высокоразрешающих EBSD карт микроструктуры после деформации при комнатной температуре (а, в) и в криогенных условиях (б, г). МУГ обозначены тонкими серыми линиями, БУГ – толстыми темными линиями. Стрелки обозначают примеры двойников; на рисунках (в) и (г) выделены зерна, не содержащие субструктуры.

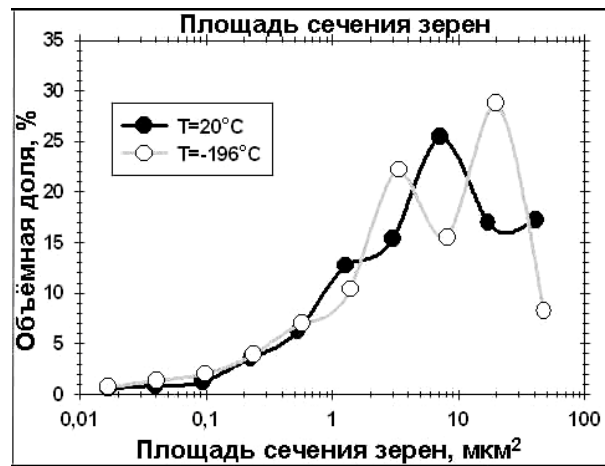
Примечание: НО – направление осадки, РН – радиальное направление, НС – направление сдвига, НН – направление нормали к плоскости сдвига.



а



б



в

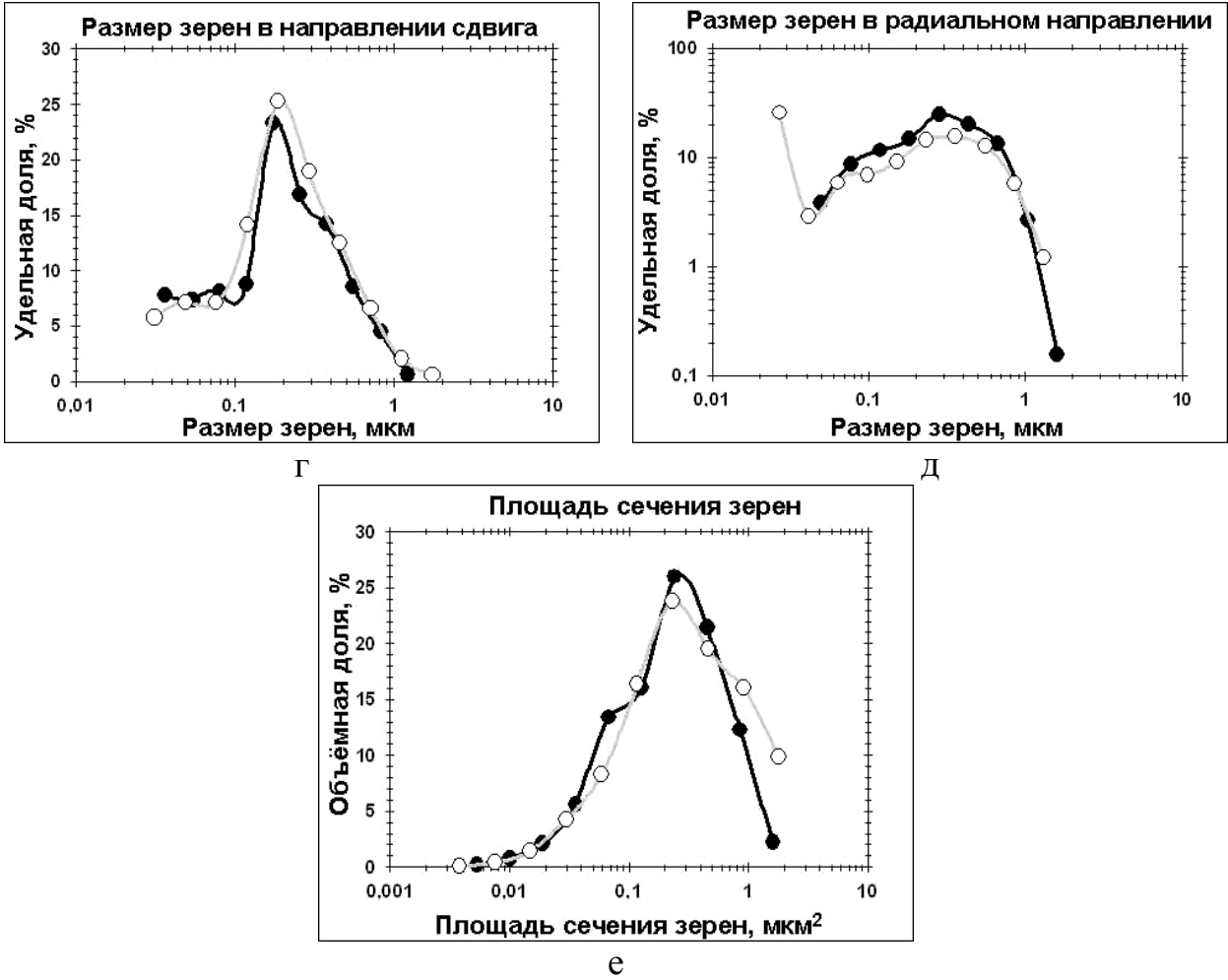
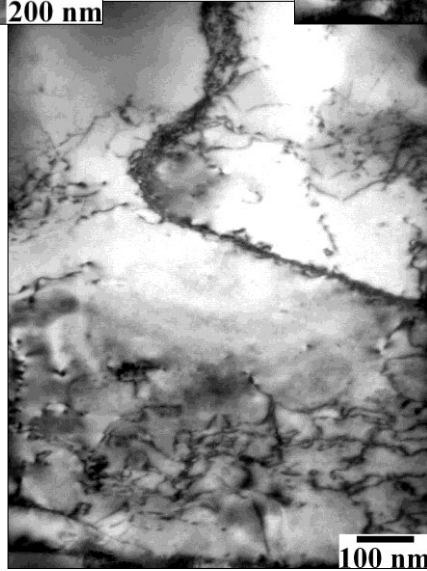
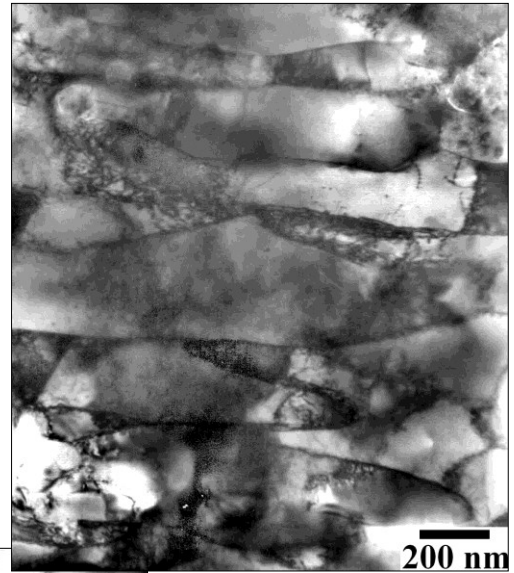
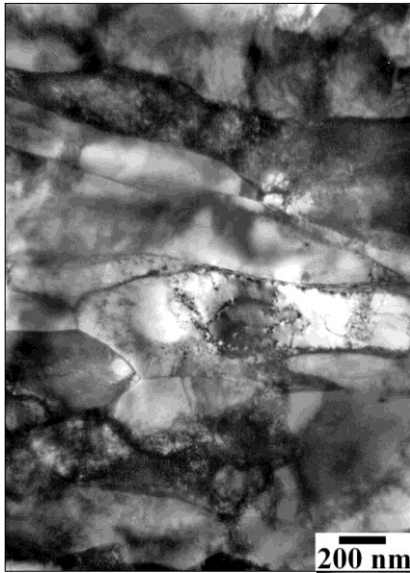


Рис. 3. Влияние температуры деформации на распределения зерен по размерам и по площадям: осадка (а-в), сдвиг под высоким давлением (г-е).



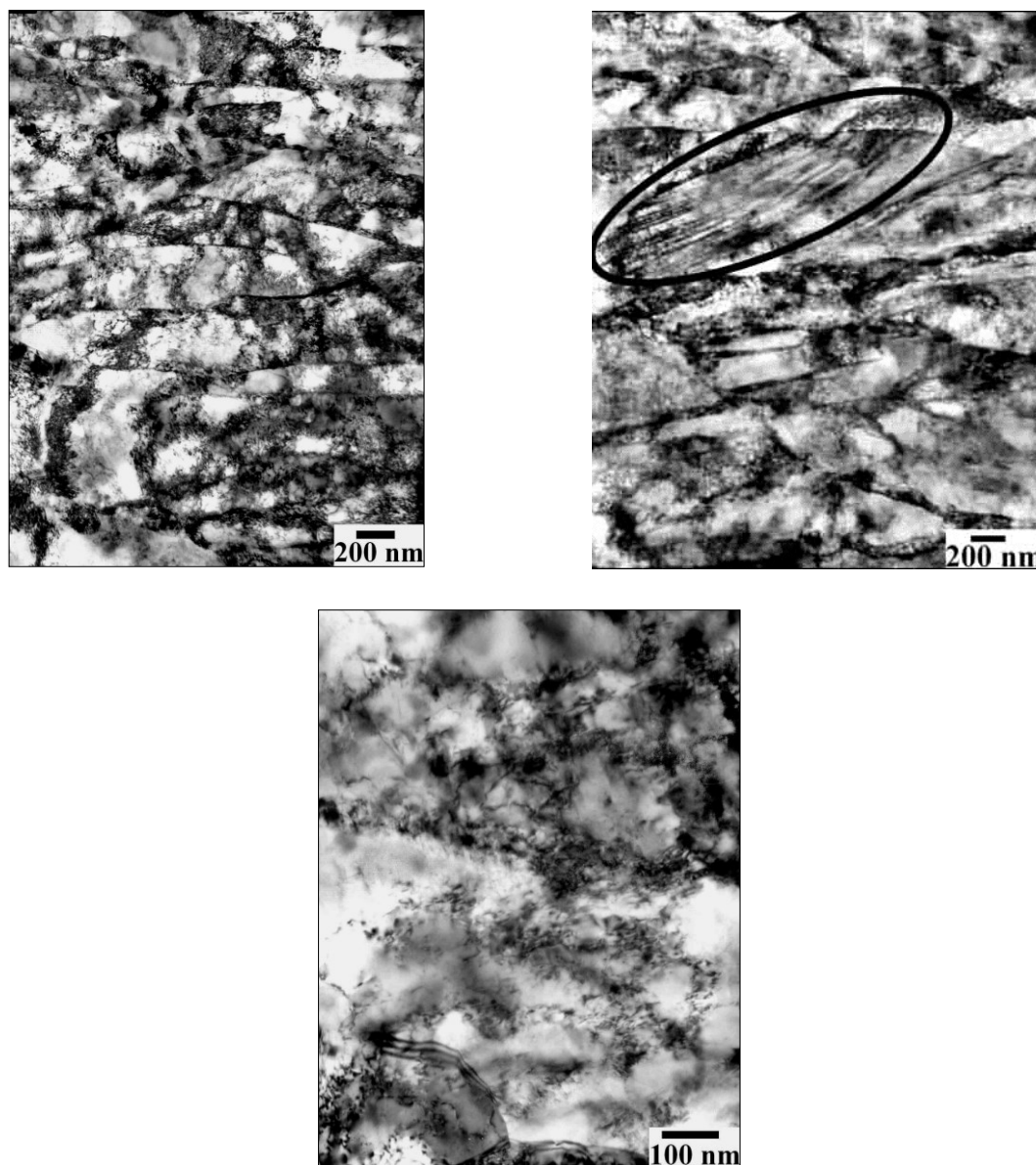


Рис. 4. ПЭМ фотографии микроструктуры после деформации осадкой: (а-в) при комнатной температуре, (г-е) в жидком азоте. Направление осадки вертикальное. На рис. (д) выделен предполагаемый пакет двойников.

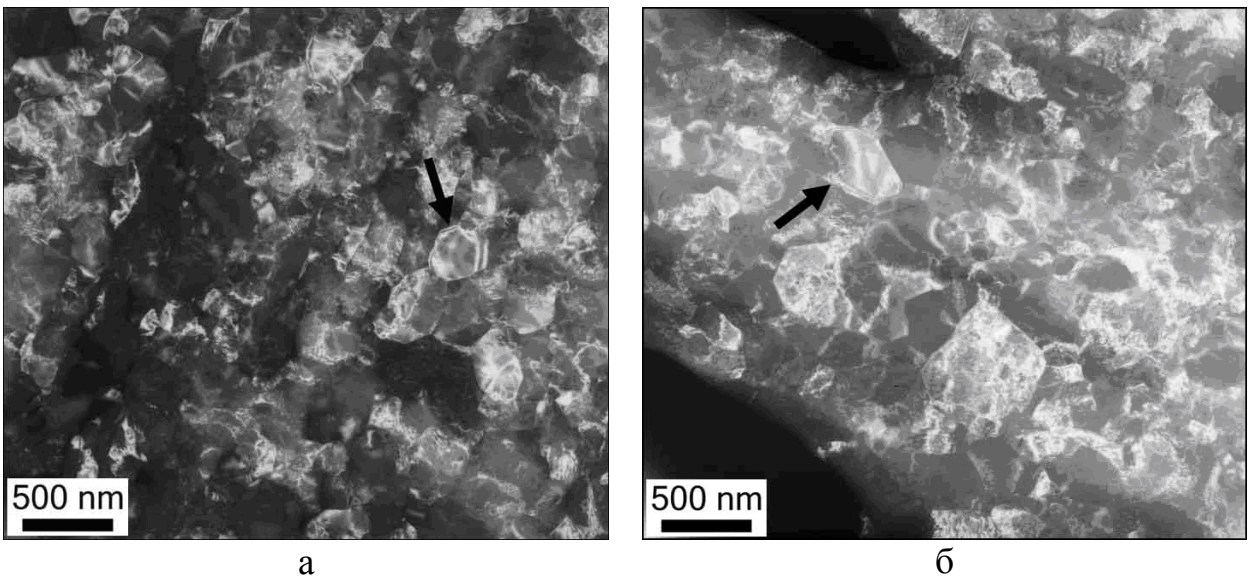
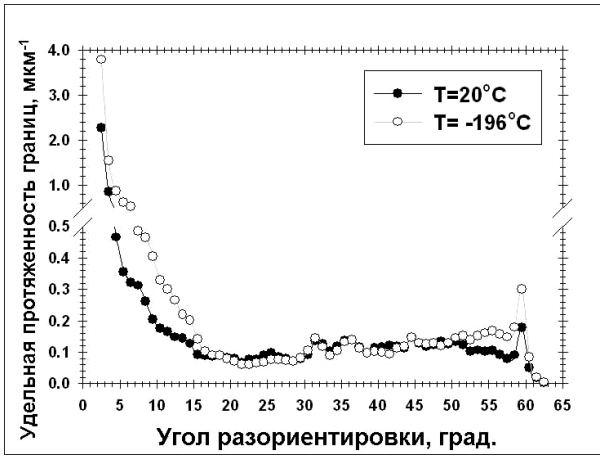
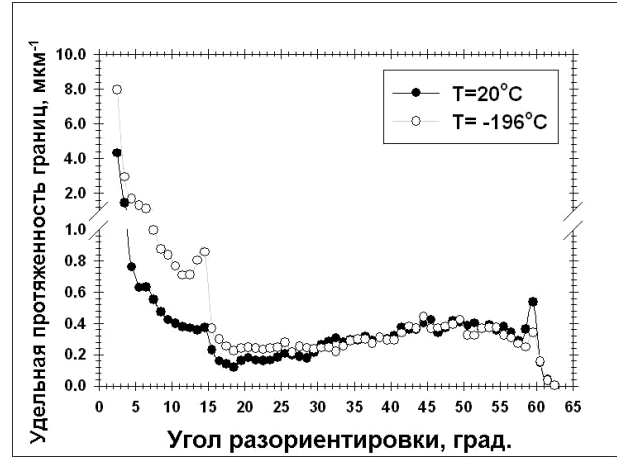


Рис. 5. ПЭМ фотографии микроструктуры после деформации сдвигом под высоким давлением: (а) при комнатной температуре, (б) в криогенных условиях. Стрелками указаны примеры зерен, свободных от дислокаций.

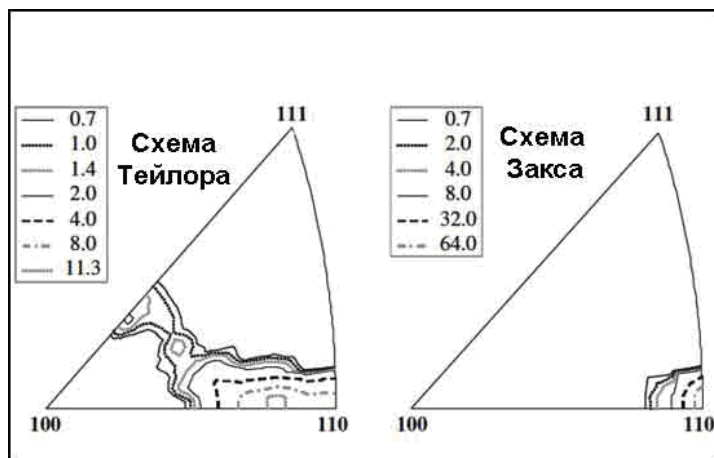


а

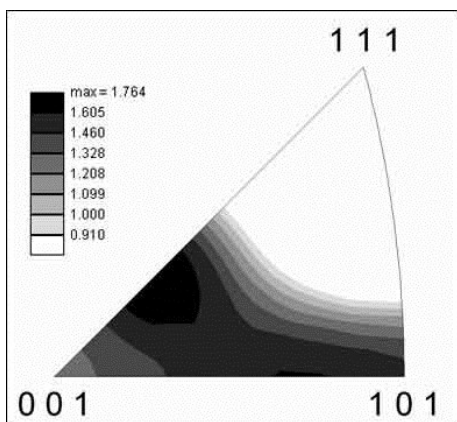


б

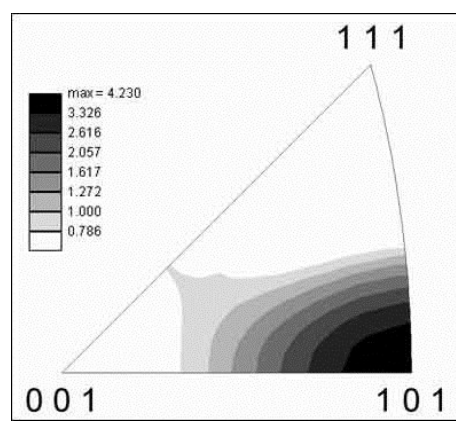
Рис. 6. Влияние температуры деформации на распределение границ по углам разориентировки: осадка (а), сдвиг под высоким давлением (б).



а



б



в

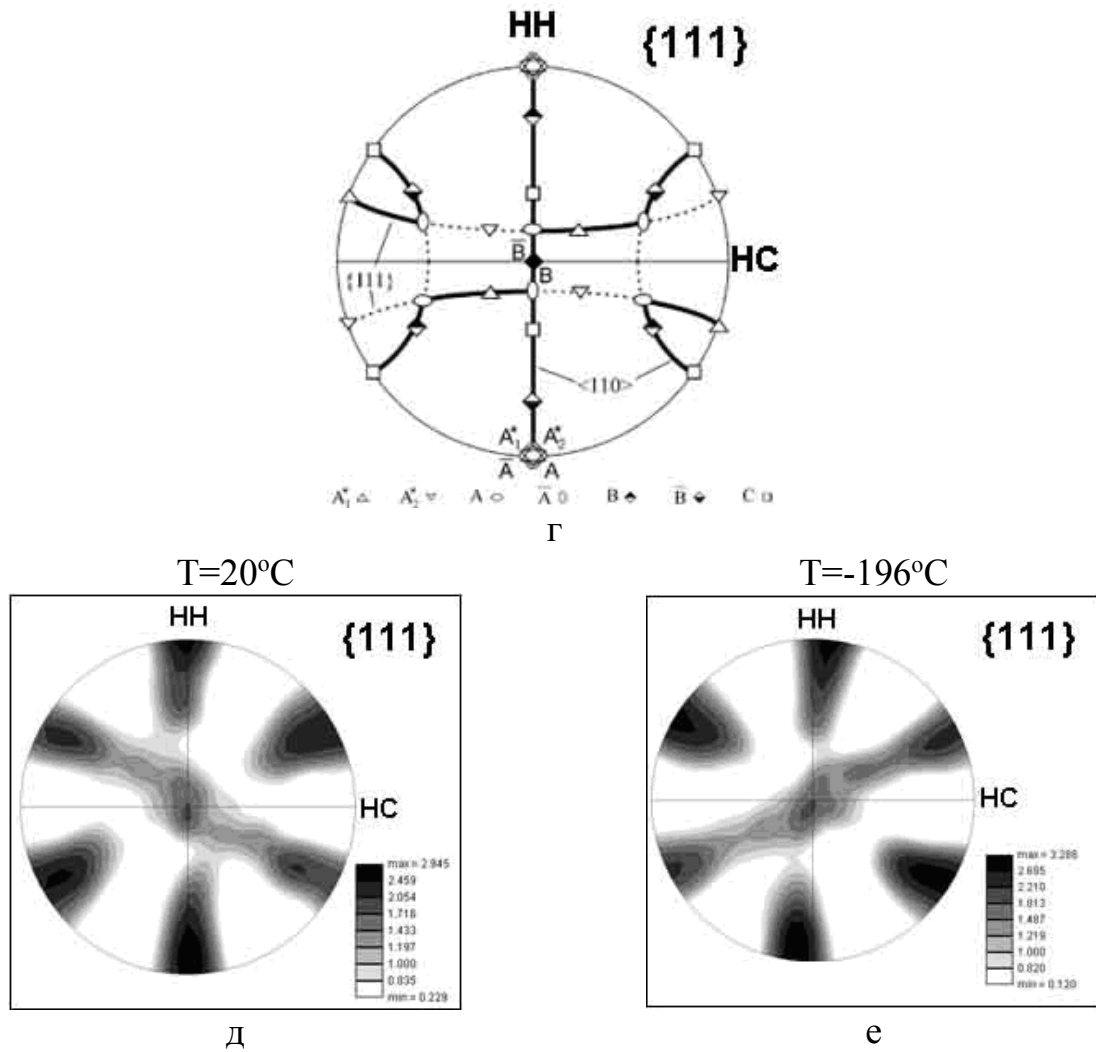


Рис. 7. Влияние температуры деформации на текстуру: осадка (а-в), сдвиг под высоким давлением (г-е). Примечание: HC – направление сдвига, HH – направление нормали к плоскости сдвига.

Образец	Время пребывания при комнатной температуре перед исследованием структуры и свойств		
	Микротвердость	ПЭМ	EBSD
Осадка при 20°C	15 мин	1 день	2 месяца
Осадка при -196°C	15 мин	1 день	2 месяца
Сдвиг под высоким давлением при 20°C	15 мин	30 минут	2 недели
Сдвиг под высоким давлением при -196°C	15 мин	30 минут	2 недели

Таблица 1. Время пребывания деформированных образцов при комнатной температуре перед исследованием структуры и свойств.

Температура деформации	Средний размер зерен, мкм		Средний размер субзерен, мкм	
	Продольный	Поперечный	Продольный	Поперечный
	Осадка			
T=20°C	0.9	0.8	0.5	0.5
T=-196°C	0.8	0.7	0.4	0.3
	Сдвиг под высоким давлением			
T=20°C	0.3	0.3	0.2	0.2
T=-196°C	0.3	0.3	0.2	0.1

Таблица 2. Влияние температуры деформации на средний размер зерен и субзерен.

Температура деформации	Средний угол разориентировки МУГ, град	Доля БУГ, %	Доля двойниковых границ $\Sigma 3$, %
Осадка			
T=20°C	5.2	46	2.9
T=-196°C	5.3	35	4.2
Сдвиг под высоким давлением			
T=20°C	5.6	55	3.9
T=-196°C	5.7	38	2.0

Таблица 3. Влияние температуры деформации на средний угол разориентировки МУГ, долю БУГ и содержание двойниковых границ.