

МЕТАЛЛУРГИЯ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ XXI ВЕКА
К 75-летию
Московского Государственного института стали и сплавов
(Технологического университета)

С. С. ГОРЕЛИК
С. В. ДОБАТКИН
Л. М. КАПУТКИНА

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Под научной редакцией профессора С.С. Горелика

3-е издание, переработанное и дополненное

МОСКВА
•МИСИС•
2005

УДК 669.1/2:548.53

ББК 34.2

Г67

Г67 Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. 3-е изд. — М.: •МИСИС•, 2005. — 432 с.

ISBN 5-87623-103-7

Настоящая монография является третьим изданием того же названия. Она переработана, включая собственные результаты авторов, в соответствии с современными представлениями о рекристаллизации и сопутствующих ей процессах возврата и полигонизации. Показано, что процессы, протекающие при нагреве металлов и сплавов, содержащих после различных воздействий разного типа структурные несовершенства, являются самыми распространенными. Важнейшей характерной особенностью процессов является их зависимость от большого числа факторов, затрудняющих установление количественных закономерностей.

Монография предназначена для работников научно-исследовательских институтов и заводских лабораторий, а также для технологов, занимающихся вопросами физического металловедения, пластической деформации, термической обработки и других видов воздействия, влияющих на структуру и структурно-чувствительные свойства металлов и сплавов. Будет полезна аспирантам и студентам старших курсов.

Ил. 223. Табл. 22. Библиогр. список: 262 назв.

ББК 34.2

ISBN 5-87623-103-7

© Горелик С.С., Добаткин С.В.,
Капуткина Л.М.

© МИСиС, 2005

Оглавление

ПРЕДИСЛОВИЕ	6
--------------------------	----------

Глава 1. РОЛЬ ПРОЦЕССОВ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ, ВОЗВРАТА И ПОЛИГОНИЗАЦИИ В ФОРМИРОВАНИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ. РАЗВИТИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЙ О МЕХАНИЗМЕ ЭТИХ ПРОЦЕССОВ	9
--	----------

1.1. Сущность и роль процессов рекристаллизации, возврата и полигонизации	9
1.2. Развитие представлений об изменениях структуры металлических и других неорганических материалов при их деформации и нагреве	11
1.3. Процессы рекристаллизации, возврата и полигонизации в материалах, содержащих структурные дефекты недеформационного происхождения	23

<i>Библиографический список к главе 1</i>	<i>26</i>
---	-----------

Глава 2. СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ХОЛОДНОЙ ДЕФОРМАЦИИ МОНО- И ПОЛИКРИСТАЛЛОВ	28
--	-----------

2.1. Деформация скольжением	29
2.2. Деформация двойникованием	49
2.3. Неоднородность деформации	53
2.4. Образование ультрамелкозернистой структуры при больших степенях деформации	66
2.5. Текстуры деформации	80
2.6. Свойства металлов и сплавов после холодной деформации ..	91

<i>Библиографический список к главе 2</i>	<i>95</i>
---	-----------

Глава 3. ПРОЦЕССЫ, ИДУЩИЕ ПРИ НАГРЕВЕ ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ	99
--	-----------

3.1. Возврат	103
3.2. Полигонизация	108
3.3. Формирование центров первичной рекристаллизации	114

<i>Библиографический список к главе 3</i>	<i>128</i>
---	------------

Глава 4. РОСТ ЗЕРЕН НА РАЗНЫХ СТАДИЯХ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ	129
---	------------

4.1. Атомное строение границ зерен и механизм их миграции ...	129
4.2. Особенности основных стадий рекристаллизации	144

4.3. Влияние движущих и тормозящих сил на направление миграции границ	155
4.4. Роль неуравновешенности зернограничной энергии	157
4.5. Роль вакансий, образующихся на начальных стадиях первичной рекристаллизации	161
4.6. Влияние зернограничной энергии на скорость миграции границ на разных стадиях рекристаллизации	166
4.7. Термическая устойчивость ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры	172
<i>Библиографический список к главе 4</i>	178
 Глава 5. ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ НА ТЕМПЕРАТУРНЫЙ УРОВЕНЬ И СКОРОСТЬ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛОВ И ОДНОФАЗНЫХ СПЛАВОВ	
5.1. Температурный уровень рекристаллизации (t_p^*) металлов	181
5.2. Закономерности влияния на t_p^* малых концентраций примеси	184
5.3. Влияние больших концентраций примеси на t_p^* однофазных сплавов	196
<i>Библиографический список к главе 5</i>	200
 Глава 6. РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПЕРЕСЫЩЕННЫХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ И ГЕТЕРОФАЗНЫХ СПЛАВОВ	
6.1. Температурный уровень рекристаллизации пересыщенных твердых растворов	202
6.2. Рекристаллизация гетерофазных сплавов	221
<i>Библиографический список к главе 6</i>	236
 Глава 7. РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПОСЛЕ КРИТИЧЕСКОЙ СТЕПЕНИ ДЕФОРМАЦИИ	
7.1. Общие закономерности	237
7.2. Механизм рекристаллизации после критической деформации	242
<i>Библиографический список к главе 7</i>	260
 Глава 8. ТЕКСТУРЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ (ТР)	
8.1. Практические значения ТР, методы их описания	261
8.2. Основные теории формирования ТР	263
8.3. Ослабление текстуры при рекристаллизации	272
8.4. Практические примеры управления ТР	274
<i>Библиографический список к главе 8</i>	278
 Глава 9. ДИАГРАММЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ	
<i>Библиографический список к главе 9</i>	294

Глава 10. СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩЕМ НАГРЕВЕ	295
10.1. Диаграммы деформации и структурные процессы в металлах	295
10.2. Диаграммы деформации и структурные процессы в сплавах	303
10.3. Структурные процессы при нагреве после теплой деформации	317
Библиографический список к главе 10	323

Глава 11. СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ	325
11.1. Динамические процессы структурообразования	325
11.2. Структурные изменения после горячей деформации	369
11.3. Механические и эксплуатационные свойства горячедеформированных сталей	384
Библиографический список к главе 11	394

Глава 12. РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И СТРУКТУРНАЯ НЕОДНОРОДНОСТЬ СПЛАВОВ	395
12.1. Общие представления	395
12.2. Зональная грубозернистость, связанная с распадом пересыщенного твердого раствора	401
12.3. Структурная неоднородность в изделиях сложной формы, вызванная неоднородностью деформации	413
12.4. Структурная неоднородность, вызванная неоднородностью фазового состава	414
Библиографический список к главе 12	416

Глава 13. НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ В МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ, СОДЕРЖАЩИХ СТРУКТУРНЫЕ НЕСОВЕРШЕНСТВА НЕДЕФОРМАЦИОННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ	417
13.1. Порошковые материалы	418
13.2. Текстура и субструктура поликристаллических пленок кремния	425
Библиографический список к главе 13	431

ПРЕДИСЛОВИЕ

Настоящая монография «Рекристаллизация металлов и сплавов» является третьим, существенно переработанным изданием монографии того же названия (1-е издание — 1967 г.¹, 2-е — 1978 г.²). Первое издание было удостоено первой премии им. Д.К. Чернова и переведено на английский язык. Оба издания были высоко оценены научной общественностью.

За время, прошедшее после второго издания, монографий на эту тему с таким широким охватом проблем собственно рекристаллизации и примыкающих к ней процессов возврата и полигонизации не издавалось ни в нашей стране, ни, насколько нам известно, за рубежом.

В то же время, в связи с непрерывным появлением новых, все более сложных по составу и уровню требуемых структурно-чувствительных свойств материалов, новых технологических процессов их получения (особенно наноматериалов и нанотехнологий), интерес к управлению структурой и свойствами материалов с помощью отмеченных выше процессов не только сохраняется, но и растет. Это подчеркивается регулярным проведением международных и национальных конференций, посвященных рекристаллизации (рост зерен, текстурообразование), возврату и полигонизации.

Многие важные вопросы для понимания механизма данных процессов за последние десятилетия существенно прояснились. Это прежде всего представления о реальном атомном строении разного типа границ, их энергии, условиях образования; о роли энергии дефектов упаковки в формировании структуры на разных стадиях деформации и рекристаллизации; о вероятности двойникования; о понимании особенностей рекристаллизации, возврата и полигонизации при горячей деформации и термомеханической обработке; о роли вакансий и т. д.

¹Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1967. — 404 с.

²Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1978. — 568 с.

Широкий круг специалистов в области металловедения и материаловедения неорганических материалов, пластической деформации и других видов воздействия, вызывающих образование в металлах и сплавах структурные несовершенства, нуждаются в обобщающей литературе по проблеме рекристаллизации и примыкающих к ней процессов. Нельзя не учитывать и тот факт, что за прошедшие двадцать с лишним лет в промышленность и науку пришло много молодых специалистов, для которых такое обобщение и систематизация особенно важны, это поможет ускорить решение новых практических и научных задач.

Учитывая все это авторы сочли целесообразным издать третью монографию с сохранением в переработанном виде тех разделов из предыдущих изданий, которые не потеряли своего значения и в настоящее время, и внесением новых принципиальных данных, полученных ими за последние десятилетия. Авторы сохранили практическую направленность монографии, заключающуюся, в частности, в том, что большинство важных положений о тех или иных закономерностях подкрепляется конкретными примерами. Дана новая, более обоснованная классификация процессов структурообразования при нагреве наклепанных материалов, рассмотрены вопросы о факторах, влияющих на скорость миграции высокоугловых границ, движущих и тормозящих силах рекристаллизации на разных ее стадиях, приведены доказательства образования вакансий на начальной стадии первичной рекристаллизации и их роли, особенно важной при рекристаллизации пересыщенных твердых растворов. Подробнее и более обоснованно изложены особенности взаимовлияния процессов рекристаллизации и распада пересыщенных твердых растворов, а также растворения дисперсных фаз, изменения структуры при теплой и горячей деформации, при термомеханической обработке с использованием интенсивной пластической деформации, структурные изменения при нагреве после деформации, приводящие к образованию крупно- и грубозернистых неоднородных структур.

Впервые кратко рассмотрены некоторые особенности структурных изменений при нагреве важных материалов, содержащих структурные дефекты недеформационного происхождения.

Авторы сознают, что в монографии не удалось отразить все важные аспекты такого многофакторного процесса, как рекристаллизация, и будут признательны за присланные замечания.

Авторы выражают благодарность руководству Московского государственного института стали и сплавов и его ректору профессору Ю. С. Карабасову за поддержку и содействие в издании настоящей монографии.

Глава 1

РОЛЬ ПРОЦЕССОВ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ, ВОЗВРАТА И ПОЛИГОНИЗАЦИИ В ФОРМИРОВАНИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ. РАЗВИТИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЙ О МЕХАНИЗМЕ ЭТИХ ПРОЦЕССОВ

1.1. Сущность и роль процессов рекристаллизации, возврата и полигонизации

Под *рекристаллизацией* понимают процесс полной или частичной замены в поликристаллических телах одних зерен *данной фазы*, содержащих те или иные структурные несовершенства, другими, более совершенными, зернами *той же фазы*. Процесс осуществляется образованием, или образованием и движением или только движением высокоугловых границ [1, 2].

Рекристаллизация и примыкающие к ней процессы возврата и полигонизации представляют собой наиболее распространенный вид структурных изменений, совершающихся при нагреве в металлах и сплавах и неорганических материалах вообще и уменьшающих свободную энергию системы. Трудно найти такую же взаимосвязанную совокупность процессов, как рекристаллизация, возврат и полигонизация, которые давали бы возможность изменять в очень широком диапазоне микроструктуру, текстуру и все структурно-чувствительные свойства. Распространено ошибочное представление о том, что эти процессы совершаются только при нагреве деформированных материалов. В действительности же этот случай наиболее часто встречающийся, но не единственный. Любое внешнее воздействие, приводящее к созданию тех или иных структурных несовершенств и их градиенту или к изменению размеров и формы зерен, приводит при нагреве к перераспределению и уменьшению концентрации этих несовершенств и увеличению однородности зеренной структуры.

Рекристаллизация почти всегда сопровождается полиморфные, а часто и другие виды фазовых превращений, совершающихся при нагреве. Например, превращение феррит $\rightarrow$ аустенит в железе ($\text{Fe}_\alpha \rightarrow \text{Fe}_\gamma$) включает в реальных условиях две стадии: 1 — зарождение зерен аустенита и их рост за счет зерен исчезающего феррита (их разделяет межфазная граница); 2 — рост зерен аустенита за счет друг друга. Стадия 1 — процесс фазовой перекристаллизации, стадия 2 — чисто рекристаллизационный процесс.

Двухстадийно протекает и процесс получения монолитного материала в порошковой металлургии. На первой стадии идет спекание исходных порошковых частиц, на второй — рост зерен спеченных частиц за счет друг друга, т. е. собственно рекристаллизация. Таким образом, конечная зеренная структура почти всегда формируется при рекристаллизации за счет межзеренного взаимодействия.

Возвратом называют: 1 — процесс перераспределения и уменьшения концентрации точечных дефектов (вакансий, межузельных атомов) в пределах зерен; 2 — движение вспять дислокаций, образовавшихся при деформации легким скольжением, и частичная аннигиляция дислокаций противоположных знаков. Процесс не сопровождается образованием новых границ, он может протекать в монокристаллах и в пределах отдельных зерен поликристаллов.

Полигонизацией называют процесс перераспределения дислокаций под влиянием упругих напряжений, созданных самими дислокациями, сопровождающийся аннигиляцией дислокаций противоположных знаков и образованием оставшимися дислокациями малоугловых дислокационных границ, разбивающих зерно или монокристалл на блоки (после малых степеней деформации), или — в случае больших степеней деформации — дислокационных скоплений («стенок»), окаймляющих бездислокационные (или с очень малой плотностью дислокаций) субзерна («ячейки»). Процесс чаще всего реализуется в объеме исходных (деформированных) зерен поликристалла.

Процессы возврата и полигонизации в отличие от рекристаллизации не сопровождаются образованием новых границ (возврат), или сопровождается образованием только малоугловых границ (полигонизация). Они могут быть самостоятельными процессами или предшествовать рекристаллизации. В

условиях быстрого нагрева до высокой температуры (температуры рекристаллизации) все три процесса накладываются друг на друга, что сказывается на получаемой структуре рекристаллизации. Важнейшее практическое значение всех трех процессов и особенно рекристаллизации в том, что они существенно изменяют зеренную структуру и оказывают очень сильное влияние на структурно-чувствительные свойства и процессы. Они не только возвращают микроструктуру в исходное состояние, но позволяют получить очень разнообразную структуру с большим диапазоном свойств, часто существенно превышающих исходные.

Зеренную структуру характеризуют размеры зерен (кристаллитов), распределение их по размерам, кристаллографическая ориентировка (текстура), характер границ, разделяющих соседние зерна, их кривизна, закономерности их атомного строения, углы в тройных стыках границ зерен и степень их уравнированности, наличие и характер внутризеренных несовершенств (тип, концентрация и характер распределения точечных дефектов, пор, дислокаций, малоугловых границ).

К *структурно-чувствительным свойствам и процессам* относятся те механические и физические свойства материалов и технологические процессы, которые связаны с перемещением на расстояния больше межатомных, атомов и атомных групп, дислокаций, малоугловых и высокоугловых границ зерен, носителей электрических зарядов (электронов, ионов), электрических, магнитных, оптических, звуковых, тепловых (фотонов и фононов) и других полей. Наиболее важными структурно-чувствительными процессами являются пластическая деформация, диффузия, старение, спекание, электропроводность, теплопроводность, намагничивание и размагничивание и др.

1.2. Развитие представлений об изменениях структуры металлических и других неорганических материалов при их деформации и нагреве

Изменение свойств металлов и сплавов при деформации и нагреве является, видимо, одним из самых древних примеров разработки человеком технологии металлов и металловедения. За несколько тысячелетий до нашей эры человеком была освоена выплавка ряда металлов из руд и метеоритов (медь,

золото, серебро, цинк, железо и т. д.) для различных целей [3]. Получение железа использовалось прежде всего для изготовления оружия. Для придания оружию необходимой формы железо подвергалось неоднократным примитивным процессамковки и нагрева. Промежуточные нагревы разупрочняли металлы и делали его пригодным для дальнейшей деформации. По существу они и были первыми, эмпирически нащупанными методами проб и ошибок и практически используемыми процессами пластической деформации и рекристаллизации. На протяжении многих столетий накапливался опыт влияния различных режимов деформации и нагрева на прочность и пластичность металлов без каких бы то ни было представлений об их структуре и природе изменения свойств. *Получение необходимых свойств было по существу искусством.*

Перелом произошел только в XIX веке, когда в 1814 г. уральский инженер-металлург П.П. Аносов первым использовал микроскоп и простейшие методы травления для изучения структуры поверхности образцов булатной (дамасской) стали в поисках объяснения природы уникального сочетания ее прочности и упругости [4]. Его исследования послужили толчком для изучения зеренной структуры металлов с помощью микроскопа и протравленных образцов. П.П. Аносова по праву называют отцом металлографии¹.

Позднее возрос интерес к изучению влияния условий деформации и нагрева на величину зерна. Сорби обнаружил, что радикальное разупрочнение связано с появлением в микроструктуре зародышей новых зерен (рис. 1.1.). Это и дало повод назвать процесс рекристаллизацией. Далее были установлены благоприятное влияние мелкозернистости на прочность металлов и сплавов и повышенная хрупкость крупнозернистых металлов.

Многочисленные исследования в этом направлении привели к построению вначале двумерных диаграмм рекристаллизации в координатах: величина зерна D — степень деформации ϵ при данной температуре нагрева T , а затем трехмерных диаграмм $D-\epsilon-T$ для разных температур нагрева. Было выпущено несколько сборников таких диаграмм, которые в свое

¹За рубежом одно время считали, что первым использовал микроскоп в тех же целях Сорби (Франция). Но он сделал это на 30 лет позднее Аносова. Сейчас это является общепризнанным фактом [3].

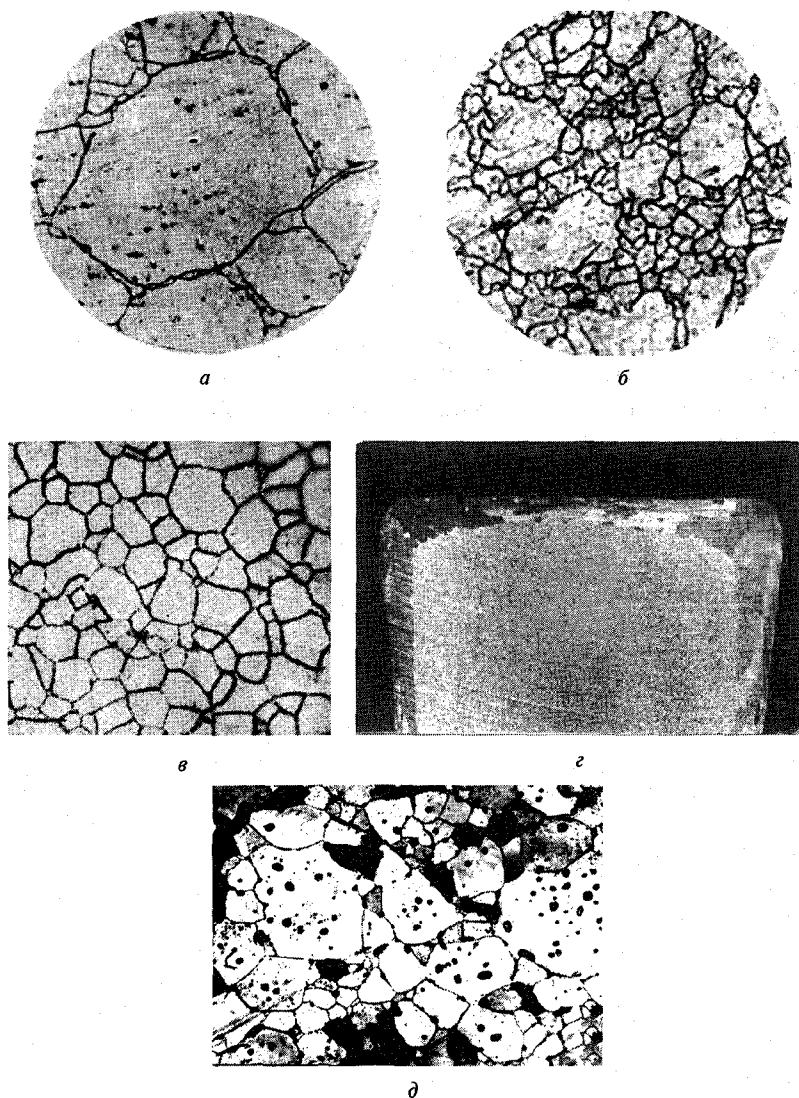


Рис. 1.1. Примеры зеренной структуры на разных стадиях рекристаллизации:
а — зародыши первичной рекристаллизации; *б* — близкая к завершению первичная рекристаллизация; *в* — завершение первичной рекристаллизации; *г* — макроразнозернистость в горячепрессованном алюминии; *д* — внутризеренная пористость, возникающая на стадии рекристаллизации гетерофазного сплава

время сыграли большую роль и облегчили технологам выбор оптимальных режимов деформации и нагревов для получения нужной величины зерна. Одной из важных, впервые установленных закономерностей было то, что при нагреве после малых степеней холодной деформации (названной «критической») возникает четко выраженный максимум величины зерна, ухудшающий пластичность и изменяющий ряд других свойств. Изучению механизма образования этого максимума были посвящены многочисленные исследования в прошлом столетии, в том числе отечественные, по разному толковавшие это явление. Современное объяснение механизма этого практически важного явления будет дано в главе 8.

Большой научный и практический интерес, в том числе и у отечественных ученых (С.Т. Конобеевский, Г.С. Жданов, Я.С. Уманский, Б.Я. Пинес и др.), вызвал механизм образования зародышей новых зерен, скорости их роста. Привлекло внимание внешнее сходство начальных стадий рекристаллизации и фазовых полиморфных превращений. Математическое описание скорости зародышеобразования на начальной стадии рекристаллизации, названной *первичной рекристаллизацией* исходя из отмеченного сходства, было впервые предложено академиком А.Н. Колмогоровым.

Далее микроскопически было установлено, что при дальнейшем нагреве после окончания первичной рекристаллизации (исчезновения деформированных зерен) идет рост новых зерен за счет друг друга. В зависимости от ряда условий этот рост может быть однородным или четко избирательным. Это дало основание утверждать, что существуют две стадии или два вида рекристаллизации после первичной — *собирательная и вторичная* (см. гл. 4).

Как отмечено выше, оптическая микроскопия позволила впервые установить связь между интенсивным разупрочнением деформированного металла и появлением в его структуре зародышей новых, как дальше выяснилось, практически бездефектных зерен. Это дало толчок к изучению влияния легирования и созданию сплавов, сохраняющих упрочненное состояние до высоких температур, то есть к разработке теплоустойчивых и жаропрочных сплавов. В дальнейшем эта проблема приобрела очень важное значение в связи с развитием авиации, особенно реактивной.

Вопросу нахождения связи температуры начала рекристаллизации с фундаментальными характеристиками металлов было посвящено много работ. Такую корреляцию впервые количественно установил А.А. Бочвар. Он показал, что для технических чистых металлов температура начала рекристаллизации равна примерно 0,35...0,4 от абсолютной температуры плавления и в зависимости от концентрации примесей может отклоняться от этой величины как в меньшую, так и в большую сторону. В дальнейшем эти данные были уточнены, но приоритет подхода к этой зависимости принадлежит А.А. Бочвару.

Изучению атомного механизма рекристаллизации на разных ее стадиях способствовали качественно новые успехи в области фундаментальных наук, обеспечившие принципиально новый скачок в понимании природы и свойств материалов. Это прежде всего установление электронной структуры атомов, ее периодичность (Планк, Бор, Эйнштейн, Шредингер, Менделеев и др.), особенности атомной структуры реальных кристаллов, наличие в них структурных несовершенств (Шоттки, Френкель), становление квантовой физики, физики твердого тела.

В углублении представлений об атомной структуре твердых тел неоценимую роль сыграло открытие рентгеновских лучей (Рентген), создание дифракционного рентгеноструктурного анализа (Лауэ, Вульф, Брэгги) [5]. Эти открытия однозначно подтвердили справедливость предположений о кристаллическом строении твердых тел, типах элементарных ячеек и межплоскостных расстояний и их особенности для элементов с разным типом химической связи, структуру и свойства разных фаз, поведение примесных атомов и т. д. (рис. 1.2, 1.3). Таким образом, наступил новый этап в понимании механизма процессов, ответственных за изменение структуры и свойств твердых тел вообще и металлов в частности — этап, связанный с переходом от понимания процессов на уровне изменений в зеренной структуре, выявляемой микроскопически, к пониманию процессов и изменений, происходящих на атомном уровне, выявляемых дифракционными методами. С их помощью удалось понять тонкие изменения, происходящие в структуре различных веществ при деформации и разных режимах нагрева, а также, каково влияние на эти процессы химического и фазового состава.

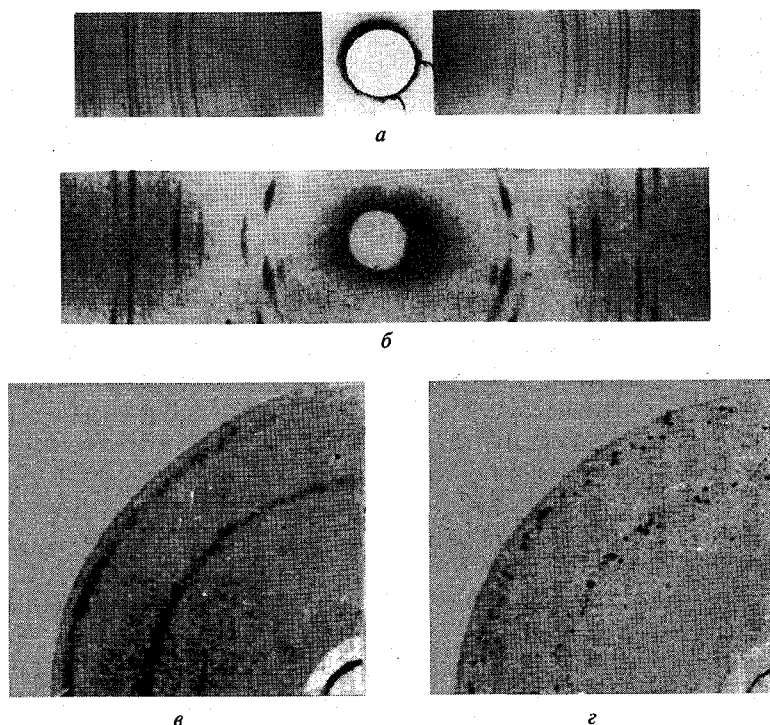


Рис. 1.2. Рентгеновские дифрактограммы на разных стадиях деформации и рекристаллизации железа:

a — степень деформации $\epsilon \approx 15\%$; *б* — степень деформации $\epsilon > 60\%$ (текстура деформации); *в* — начало первичной рекристаллизации при нагреве после $\epsilon = 15\%$; *г* — завершение рекристаллизации при нагреве после $\epsilon = 15\%$

Дальнейшее проникновение в суть изменений на атомном уровне, совершающихся при деформации и нагреве, было достигнуто с помощью электронной микроскопии и в особенности трансмиссионной (просвечивающей) [6] (XX в.). Ей принадлежит основная роль в выявлении дефектов решетки реальных кристаллов (прежде всего дислокаций) и поведения многих из них (рис. 1.4).

Под влиянием нарушений в расположении атомов в кристаллической решетке внешние электроны изменяют направление своего движения в соответствии с законом Вульфа-Брэгга. Это позволяет получить дифракционную картину, дополняющую получаемую в оптическом микроскопе, но с разре-

шением, большим на несколько порядков.

С помощью калориметрического анализа, рентгеновской дифрактометрии, электронной микроскопии и параллельного анализа электросопротивления удалось установить, что на самой ранней стадии нагрева деформированного металла основным процессом уменьшения концентрации структурных дефектов является процесс стока и аннигиляции точечных дефектов — вакансий и межузельных атомов. Эту стадию принято именовать стадией *возврата*. Вначале, когда механизм процессов был неясен, эту стадию называли «отдыхом» [1].

Трансмиссионная электронная микроскопия (ТЭМ) позволила наблюдать разновидности дислокаций (см. рис. 1.4), границы зерен при напряжении порядка 100 кВ и больше. ТЭМ позволила наблюдать расположение атомов в границах, на поверхности пленок, природу шероховатости поверхностей (ступеньки, выступы и т.д.), атомное строение двойников (рис. 1.4, в) и связь прочности с кристаллической структурой.

При нагреве несколько выше температуры возврата дифрактометрически было установлено уменьшение размытости рентгеновских линий. Сочетание этих данных с электронно-микроскопическими и данными механических испытаний позво-

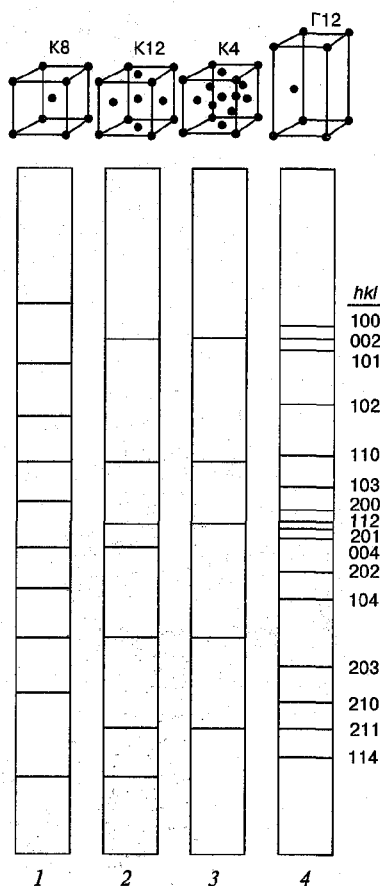


Рис. 1.3. Схемы рентгенограмм веществ с решетками разного типа: 1 — объемноцентрированная кубическая; 2 — гранецентрированная кубическая; 3 — типа алмаза; 4 — гексагональная компактная

лило внести ясность в существо второй стадии предрекристаллизационных процессов. Твердость и прочность при этом несколько снижались. Электронно-микроскопически обнаружилось перераспределение дислокаций, уменьшение их плотности и образование малоугловых границ. Позднее это обнаружилось и на монокристаллах по ямкам травления [7]. Эта стадия получила название «полигонизация» [8].

Сочетание данных структурного анализа и, в частности, электронно-микроскопического анализа о поведении дислокаций с данными зависимости упрочнения от приложенного напряжения позволило построить графические зависимости «напряжение—деформация» для веществ с решетками разного типа (г.ц.к., г.к., о.ц.к. и т.д.) и разной концентрацией примесей (см. гл. 2).

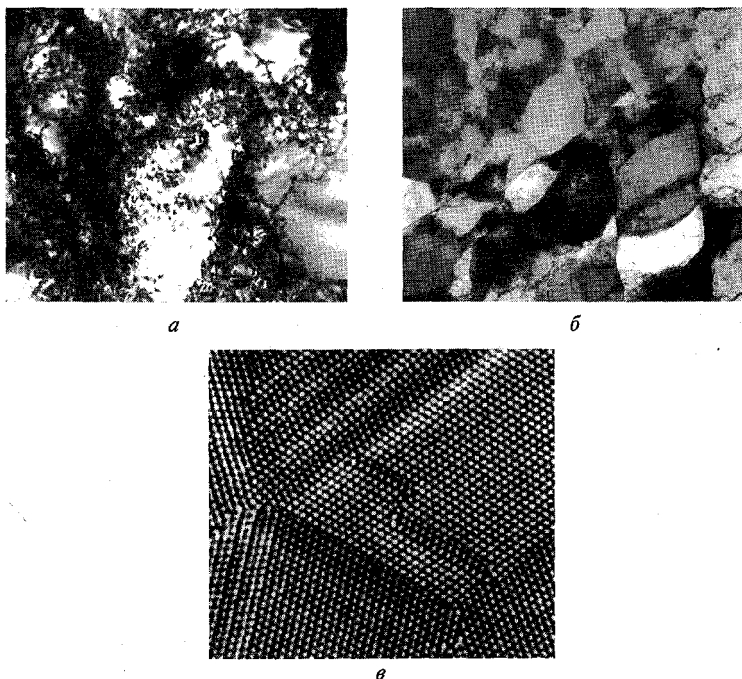


Рис. 1.4. Электронно-микроскопические изображения на разных стадиях деформации и нагрева:

а — ячеистая дислокационная структура деформированного металла ($\times 25000$); *б* — то же после нагрева на стадии полигонизации ($\times 25000$); *в* — атомная структура двойников отжига, выявленная с помощью электронной микроскопии высокого разрешения ($\times 300000$)

Одним из важнейших результатов применения дифракции рентгеновских и других излучений явилось установление того, что при пластической деформации происходит кристаллографическая переориентировка кристаллитов. При этом отдельные группы кристаллитов приобретают сходную кристаллографическую ориентировку. Возникает так называемая *текстура* [9, 10]. Метод позволяет обнаружить не только возникновение текстуры, но и установить ее тип — определить ориентировку плоскостей и направлений каждой группы одинаково ориентированных кристаллитов, а также изменение типа текстуры в процессе рекристаллизационного отжига. Эти данные позволили объяснить природу анизотропии свойств, возникающих в результате деформации, прогнозировать и создавать текстуру с нужной анизотропией свойств для материалов с разным типом решеток и др.

Особо важным практическим примером народно-хозяйственного значения установления текстуры и разработки методов определения ее типа оказалось, в частности, определение закономерностей анизотропии магнитных свойств электротехнических сталей, их связи с текстурой разного типа и создание нужной текстуры для повышения уровня магнитных свойств.

Создание рентгеновских трубок с очень острым фокусом размером в доли мкм, а позднее появление синхрофазотронов позволило получить тонкие пучки мощного рентгеновского излучения с очень малой длиной волны и улавливать более ранние стадии начала первичной рекристаллизации, сравнивать ориентировку зародышей рекристаллизации с ориентировкой деформированной матрицы в объеме и границах зерен и тем самым получить новые данные о закономерностях формирования *текстур* рекристаллизации.

Рентгеновские методы существенно продвинули представления об упругих микро- и макронапряжениях, их происхождении и знаке при деформации, кристаллизации слитков в тонкоплочных композициях, их влиянии на рекристаллизацию в условиях наложения на нее распада пересыщенных твердых растворов и других фазовых превращений, на образование дислокаций при релаксации напряжений.

Как выяснилось позднее, макронапряжения в локальных объемах играют существенную роль в образовании локальной разнотекстурности и аномально крупных зерен, особенно в пе-

ресыщенных твердых растворах, когда упругие напряжения способствуют их неоднородному распаду.

Дальнейшее расширение возможностей дифракционных методов происходило с установлением дифракции электронов и нейтронов [11, 12]. Дифракция электронов из-за их слабой проникающей способности оказалась особенно эффективной при анализе рекристаллизации и текстур в тонких пленках полупроводников и других материалов электронной техники. Это особенно важно в связи с возросшей ролью в современной технике тонких пленок и покрытий.

Нейтроны, в отличие от рентгеновских лучей и электронов, обладают способностью проникать в облучаемых материалах на глубину, измеряемую сантиметрами, и поэтому их дифракция позволяет получать информацию о рекристаллизации во внутренних слоях массивных образцов. Дифракция нейтронов обладает еще одной уникальной особенностью. Наличие в них собственного магнитного момента позволяет изучать магнитную текстуру в образцах с магнитными свойствами.

Таким образом, дифракция рентгеновских лучей, электронов и нейтронов существенно расширила диапазон толщин и структур объектов, в которых осуществляется рекристаллизация, и позволила объяснить многие детали процесса.

Рекристаллизация, как отмечено выше, представляет собой процесс замены одних зерен данной фазы другими зернами той же фазы, поэтому принципиальное значение приобрел вопрос о механизме этой замены. Было установлено, что основным механизмом роста центров рекристаллизации является миграция высокоугловых границ зерен. Но скорость миграции разных границ оказалась различной. Длительное время существовало ошибочное представление об аморфной структуре границ и коалесценции как основном механизме их укрупнения. Эти ошибочные представления до сих пор не объясняли различную скорость миграции разных границ и др. Принципиальное значение сыграла впервые предложенная Гляйтером и Чалмерсом [13] модель атомной структуры границ.

Возникла и нашла экспериментальное подтверждение теория разделения границ на *специальные* и *случайные*, без которой невозможно современное представление о поликристаллических телах и свойствах разных границ (подвижность, скорость граничной диффузии, наличие упругих полей и т.д.).

Большого внимания заслуживают данные об особенностях рекристаллизации при горячей деформации. До 50-х годов прошлого столетия исследования указанных процессов проводились, как правило, на образцах, подвергнутых холодной деформации. Объяснялось это рядом причин. Во-первых, механические свойства холоднодеформированных и рекристаллизованных, а также горячекатаных образцов без последующего нагрева металлов и сплавов в основном удовлетворяли требованиям того времени. Закономерности рекристаллизации после холодной деформации были более простыми, а результаты их изучения повторяемыми. Учитывалось, что на структуру после горячей деформации влияет гораздо большее число факторов: скорость деформации, скорость охлаждения после деформации, рекристаллизация в ходе самой деформации.

В конце 40-х — начале 50-х годов положение резко изменилось. Возросли требования к уровню механических свойств и прежде всего прочности. Было установлено, что после холодной деформации потенциальная прочность материала на практике не реализуется из-за пониженной пластичности и хрупкого разрушения. Горячая деформация при определенных условиях обеспечивает более благоприятное сочетание прочности и пластичности. Однако условия получения оптимальных структур и свойств оказываются намного более сложными, чем в случае холодной деформации.

Рекристаллизация, совершающаяся в процессе горячей деформации, была названа *динамической*, а идущая после горячей деформации путем быстрого роста уже подготовленных в ходе деформации центров рекристаллизации — *постдинамической*; в случае, когда она проходит при последеформационной выдержке или при повторном нагреве, как и при нагреве холоднодеформированного металла, — *статической*.

Исследование влияния режимов горячей деформации и термической обработки на механические свойства приобрело важное значение. Это особенно относится к сталям, претерпевающим превращения мартенситного типа, а именно в этом случае разработка оптимальных режимов ТМО позволяет наиболее эффективно влиять на свойства. Изменением режимов горячей деформации, нагрева и охлаждения можно варьировать

свойствами в значительно большем диапазоне значений, чем в случае рекристаллизации после холодной деформации. Это привело к созданию — *термомеханической обработки (ТМО)* нового важного направления в металловедении. Большой вклад в развитие этого направления внесли В.Д. Садовский и М.Л. Бернштейн с сотрудниками. С конца 50-х годов внимание исследователей сосредоточилось в значительной мере на изучении рекристаллизации при термомеханической обработке и ее влияния на структуру и свойства [14].

Динамические процессы и ТМО вызвали необходимость построения вместо обычных диаграмм рекристаллизации других, характеризующих структурные состояния (а не величину зерна) в функции не степени деформации, а ее скорости. *Диаграмма структурных состояний* [15] показывает области структурных состояний, соответствующие разным процессам «возврата-полигонизации», разным стадиям рекристаллизации. Чтобы диаграммы показывали еще и данные о величине зерна и степени деформации, требуется перейти от трехмерных к многомерным диаграммам или к разрезам этих диаграмм.

Особенности рекристаллизации веществ с ковалентным типом химических связей связаны прежде всего с направленным характером химических связей и, как следствие, с их повышенной хрупкостью.

Ненаправленный характер химической связи и электронной плотности в металлах благоприятно влияет на возможность пластической деформации, вплоть до самых низких температур. Высокая и близкая к изотропной пластичность, низкие барьеры Пайерлса облегчают зарождение и движение дислокаций (максимальная плотность достигает $10^{12} \dots 10^{13} \text{ см}^{-2}$), создаются условия для образования ячеистых структур и преобразования последних при нагреве в зародыши первичной рекристаллизации. Ковалентные связи, господствующие в полупроводниках, имеют направленный характер, барьеры Пайерлса очень высоки. В итоге полупроводники очень хрупки, их пластичность при комнатной температуре составляет сотые доли процентов, а плотность дислокаций не превышает $10^6 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$. Концентрация точечных дефектов после деформации в них также меньше, чем в металлах. В результате при нагреве в них могут реализоваться только возврат и полигонизация, а высокоугловые границы нагревом после деформации, то есть

механизмом первичной рекристаллизации, образоваться в них могут только при температуре $> 0,8 T_{пл}$. Массивные поликристаллические полупроводники могут образоваться только кристаллизацией из расплава, пленочные полупроводники — путем кристаллизации из газовой фазы [16]. Собираательная и вторичная рекристаллизации в слитках могут реализоваться под влиянием градиента энергии высокоугловых границ, а в пленках — градиента поверхностной энергии разных зерен. Но скорость этих процессов мала и очень резко замедляется наличием чужеродных атомов или дисперсных частиц на границах.

1.3. Процессы рекристаллизации, возврата и полигонизации в материалах, содержащих структурные дефекты недеформационного происхождения

Все изложенное до сих пор относится к рекристаллизации, возврату и полигонизации после пластической деформации (холодной и горячей), когда деформация кристаллической решетки по концентрации и по типу вводимых структурных несовершенств осуществляется наиболее полно, так же как и удаление этих несовершенств.

Но помимо пластической деформации существует много других процессов, вводящих структурные несовершенства недеформационного происхождения. Они, как правило, менее разнообразны, и, соответственно, при нагреве реализуются не все стадии процессов рекристаллизации, возврата и полигонизации, а некоторые из них. Но понимание процессов, идущих при нагреве пластически деформированных материалов, облегчает понимание механизма процессов и в других случаях. Поэтому важно, чтобы специалист знал, какие типы несовершенств вводятся при том или ином воздействии, какими будут процессы их удаления, и мог давать соответствующие рекомендации технологам.

Приведем некоторые практически важные примеры.

Порошковая металлургия

К интенсивно развивающимся направлениям в области новой техники относятся *порошковая металлургия* [17, 18] и тех-

нология получения композитов. Спекание таких материалов всегда сопровождается рекристаллизацией, но при этом важно различать два случая.

1. Получение при нагреве спеченных материалов, изготовленных твердофазным синтезом из различных по составу исходных порошковых материалов. В этом случае процесс имеет сложный характер. Завершающему спеканию конечного изделия предшествуют: смешение и прессование смеси порошков разного состава; диффузионный отжиг для получения методом твердофазного синтеза необходимого соединения или раствора; дробление синтезированного материала; его прессование и завершающее спекание, при котором могут реализоваться одна или две или все три стадии рекристаллизации.

2. Получение спеченных материалов из однофазных материалов. В этом случае по завершении спекания реализуется только собирательная рекристаллизация с однородной по размерам зерен структурой (см. гл. 13).

Тонкие пленки металлов и полупроводников

Металлические пленки получают чаще всего прокаткой на большие степени деформации до размеров $< 1 \text{ мкм}$ ($\sim$ десятки доли мм). Стадии возврата в этом случае отсутствуют. Рекристаллизация в них реализуется как в пластически деформированных массивных материалах, но зерна после рекристаллизации имеют анизотропную форму. Их толщина не может превышать толщину пленки и $\ll$ размера в плоскости пленки. Структура, как правило, текстурированная. Тип текстуры чаще всего определяется поверхностной энергией различно ориентированных зерен.

Пленки полупроводников (в частности кремниевые) не могут (из-за хрупкости) быть получены пластической деформацией. Их получают осаждением из газовой фазы на разные подложки, чаще всего на кремниевую подложку, покрытую тонким слоем SiO_2 осаждением из тетрахлорида SiHCl_3 или моносилана SiH_4 , толщина пленки составляет от нескольких до 100...200 мкм. Первые слои отличаются многокомпонентной текстурой. С увеличением толщины пленки зерна определенной ориентировки растут быстрее других, выклинивая их.

Полиморфные и другие фазовые превращения, сопровождающиеся значительным «объемным эффектом» с большой разницей в удельных объемах исходной и новой фаз

Процесс приводит к возникновению значительных напряжений, часто превышающих предел текучести. Релаксация этих напряжений, когда они превышают $\sigma_{\text{тек}}$, приводит к образованию дислокаций и пластической деформации. При последующем нагреве или выдержке при температуре превращения, в зависимости от степени наклепа, могут реализоваться разные стадии процессов рекристаллизации возврата и полигонизации.

Эффект особенно велик, если исходная и новая фазы отличаются типом химической связи. Наиболее характерным примером является полиморфное превращение в олове, в котором низкотемпературная фаза обладает ковалентными связями, а высокотемпературная — металлическими. Разница в удельных объемах в этом случае превышает 20 %.

Закалка с высоких (предплавильных) температур и большая скорость кристаллизации

В этом случае при комнатной и более низкой температурах удается полностью или частично зафиксировать («заморозить») точечные дефекты (вакансии, межузельные атомы и т. д.), термодинамически равновесные при высоких температурах и оказавшиеся неравновесными при температуре закалки. В процессе последующих низкотемпературных нагревов или длительного вылеживания при комнатной температуре реализуются процессы возврата. В определенных случаях возможен твердофазный синтез.

Облучение ионами (ионная имплантация) или другими частицами высоких энергий

Дефектообразование в облучаемом материале определяется энергией облучающих частиц, их концентрацией и продолжительностью облучения. Основным типом дефектов в этом случае являются точечные дефекты. При нагреве основным механизмом их удаления является возврат.

Трудности методического характера: прямые структурные методы изучения этих процессов должны обладать все большей разрешающей способностью.

Важным средством, дополняющим возможности структурных методов изучения механизма процессов рекристаллизации, возврата и полигонизации является, анализ изменения свойств при нагреве в процессе указанных выше трех процессов. Но для того, чтобы это дополнительное средство стало эффективным, необходимо понимание того, какие из свойств особо чувствительны к изменению концентрации структурных дефектов и каких именно.

Так, изменение твердости и многих механических свойств особенно чувствительно к изменению плотности дислокаций, электросопротивления — к изменению концентрации точечных дефектов и т. д.

В заключение необходимо еще раз подчеркнуть, что значимость процессов рекристаллизации важна не только и не столько тем, что позволяет восстановить свойства, какими они были до внешнего воздействия, но и возможностью создать очень широкий диапазон структурных состояний и получить, соответственно, широкий диапазон свойств, в том числе значительно превосходящих свойства в исходном состоянии.

В силу перечисленного выше, изучение закономерностей рекристаллизации, возврата и полигонизации при всей внешней простоте этих процессов является сложной металловедческой задачей.

Библиографический список к главе I

1. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1967. — 494 с.
2. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1978. — 568 с.
3. Физическое металловедение / Пер. с англ.; Под ред. Р.У. Кана, П. Хаазена. Т. I, гл. 1. — М.: Металлургия, 1987. — 420 с.
4. Аносов П.П., Федоров А.С. Творцы науки и техники. — М.: Наука, 1980. — 214 с.
5. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей. — М.: Наука, 1957. — 200 с.
6. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. — М.: Металлургия, 1973. — 584 с.
7. Современная кристаллография: Энциклопедия. В 5 т. Т. 2. — М.: Наука, 1979. — 323 с.
8. Sahn R.W. // J. Inst. Metals. 1949. — V. 76. — P. 121–143.
9. Кудрявцев И.П. Текстуры в металлах и сплавах. — М.: Металлургия, 1965. — 270 с.

10. *Бородкина М.М., Спектор Э.Н.* Рентгенографический анализ. — М.: Металлургия, 1981. — 272 с.
11. *Физический энциклопедический словарь.* — М.: Советская энциклопедия, 1984. — 367 с.
12. *Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н.* Рентгенографический и электронооптический анализ. — М.: МИСиС, 2002. — 358 с.
13. *Гляйтер Б., Чалмерс Б.* Большегоугольные границы зерен: Пер. с англ. — М.: Мир, 1975. — 374 с.
14. *Бернштейн М.Л., Займовский В.А., Капусткина Л.М.* Термомеханическая обработка стали. — М.: Металлургия, 1983. — 315 с.
15. *Вайнблат Ю.М., Родина Ю.Б.* // Технология легких металлов. Вып. 5. ОНТИ ВИЛС, 1969. — С. 9—15.
16. *Горелик С.С., Сагалова Т.Б., Сафонов Ю.С., Султанов М.А.* // Неорганические материалы. 1984. — № 3. — С. 314—317.
17. *Либенсон Г.А., Летюк Л.М., Лобова Т.А.* Порошковые материалы и покрытия // Научные школы МИСиС (75 лет): Сборник. — М.: МИСиС, 1997. — С. 508—514.
18. *Горелик С.С., Бабич Э.А., Летюк Л.М.* Формирование структуры и свойств ферритов в процессе рекристаллизации. — М.: Металлургия, 1984. — 109 с.

Глава 2

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ХОЛОДНОЙ ДЕФОРМАЦИИ МОНО- И ПОЛИКРИСТАЛЛОВ

В металлах с кубической и гексагональной кристаллической решеткой деформация протекает с помощью двух основных механизмов: скольжением (простым и поперечным) и двойникованием.

Образование и движение дислокаций — основной вид структурных несовершенств, возникающих при пластической деформации и влияющих прежде всего на механические свойства. Вместе с тем это не единственный вид структурных несовершенств. Ван-Бюрен подчеркивал, что при пластической деформации при движении дислокаций со ступеньками, а также при рекомбинации отдельных участков дислокаций возникает большое количество точечных дефектов — вакансий и межузельных атомов.

С увеличением плотности дислокаций увеличивается концентрация точечных дефектов и возрастает вероятность образования кластеров частью из них. Образование точечных дефектов практически не влияет на механические свойства, но существенно влияет на электросопротивление — особенно индивидуальные точечные дефекты. Рассеяние движущихся электронов — носителей заряда точечными дефектами резко повышает электросопротивление.

Это влияние так велико, что анализ значений электросопротивления является одним из основных методов изучения концентрации точечных дефектов. Это важная особенность, поскольку прямыми структурными методами их выявление в настоящее время практически недоступно. При большой концентрации о них можно судить с помощью прецизионных методов определения межплоскостных расстояний, но и в этом случае трудно отделить влияние других факторов.

Энергия активации миграции точечных дефектов и дефектов Френкеля («вакансия—межузельный атом») очень мала.

Она равна сотым долям эВ. Энергия миграции вакансий, подсчитанная по данным температурной зависимости электросопротивления, для чистых металлов составляет $\sim 0,45...0,6$ эВ. Легче реализуется динамический возврат, и поэтому «заморозить» отдельные вакансии и межузельные атомы можно только при деформациях не выше $\sim 50...60$ К. Даже при таких низких температурах вакансии и межузельные атомы быстро стекают в разного вида границы, дислокации и их скопления.

Только небольшая доля точечных дефектов, вошедшая в кластеры, сохраняется при кратковременных отжигах до температуры несколько выше комнатной.

Основными параметрами материала, определяющими способность к деформации и ее механизм, являются энергия дефектов упаковки $\gamma_{д.у.}$ и тип кристаллической решетки [1–3].

2.1. Деформация скольжением

Системы скольжения

В основном скольжение происходит по наиболее плотно-упакованным плоскостям и направлениям. Вдоль этих плоскостей и направлений сопротивление сдвигу, которым обладает кристаллическая решетка, минимально. Ориентировка их зависит прежде всего от типа решетки. У металлов и сплавов с гранецентрированной (г.ц.к.) решеткой скольжение идет по плоскостям $\{111\}$ в направлениях $\langle 101 \rangle$. Знак $\{ \}$ означает совокупность всех кристаллографически идентичных плоскостей, различно ориентированных в решетке. Например, в кубической решетке в совокупность $\{111\}$ входят плоскости (111) , $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$, $(11\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}1)$, $(1\bar{1}\bar{1})$ и $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. Знак $\langle \rangle$ означает совокупность всех кристаллографически идентичных направлений.

Плоскость скольжения и направления скольжения, лежащие в этой плоскости, образуют *систему скольжения*. Гранецентрированные кубические металлы, имеющие четыре октаэдрические плоскости $\{111\}$ и три направления типа $\langle 110 \rangle$ в каждой плоскости, обладают 12 системами скольжения (табл. 2.1). На рис. 2.1 показаны плоскость (111) и три направления из семейства $\langle 110 \rangle$ в этой плоскости, образующие вместе три системы скольжения. Аналогично можно показать системы скольжения для плоскостей $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ и $(11\bar{1})$.

Наряду с основной системой скольжения $\{111\} \langle 110 \rangle$ в г.ц.к. металлах иногда скольжение идет по плоскостям $\{100\}$, $\{110\}$, $\{112\}$ и $\{122\}$, особенно при относительно высоких температурах и в металлах с высокой $\gamma_{д.у.}$ и плоскостях $\{111\}$, $\{110\}$ и $\{122\}$ — при низкотемпературном скольжении [3]. Для латуни 70 % Cu—30 % Zn с низкой энергией дефектов упаковки при больших степенях деформации обнаружено скольжение по ряду неоктаэдрических плоскостей [4].

Таблица 2.1. Системы скольжения

Металлы или сплав	Системы скольжения при температуре	
	низкой	высокой
г.ц.к. решетка		
Al	$\{111\} \langle \bar{1}01 \rangle$ $\{010\} \langle \bar{1}01 \rangle$ $\{111\} \langle \bar{1}01 \rangle$	— — —
о.ц.к. решетка		
Cu, Ag, Au, Ni, α -латунь, α -Fe	$\{110\} \langle \bar{1}11 \rangle$ $\{211\} \langle \bar{1}11 \rangle$	$\{110\} \langle \bar{1}11 \rangle$ $\{211\} \langle \bar{1}11 \rangle$ $\{321\} \langle \bar{1}11 \rangle$
Mo	$\{211\} \langle \bar{1}11 \rangle$ $\{110\} \langle \bar{1}11 \rangle$	$\{110\} \langle \bar{1}11 \rangle$ $\{211\} \langle \bar{1}11 \rangle$
W	$\{211\} \langle \bar{1}11 \rangle$	—
β -латунь	$\{110\} \langle \bar{1}11 \rangle$ $\{211\} \langle \bar{1}11 \rangle$	— —
г.п. решетка		
Cd ($c/a = 1,886$)	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1\bar{1}01\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$
Cd ($c/a = 1,856$)	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1122\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1\bar{1}01\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$
Mg($c/a = 1,624$)	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1\bar{1}01\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$
Co ($c/a = 1,621$)	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	— —
Zr ($c/a = 1,593$)	$\{1100\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	— —
Ti ($c/a = 1,587$)	$\{1100\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	— —

Объемно центрированное железо Fe_α имеет четыре направления $\langle 111 \rangle$, вокруг каждого из которых расположено по 12 плоскостей, входящих в семейства $\{110\}$, $\{112\}$ и $\{123\}$ (см. рис. 2.1, табл. 2.1). Всего у Fe_α , таким образом, 48 систем скольжения. Но будучи плоскостями с относительно плотной упаковкой атомов, ни одна из плоскостей скольжения в данном случае не является плоскостью с плотнейшей упаковкой, все они содержат плотноупакованное направление скольжения $\langle 111 \rangle$.

Какие из плоскостей скольжения реализуются, зависит от температуры деформации. При температурах менее $T_{\text{пл}}/4$ действует плоскость скольжения $\{112\}$, в интервале температур $T_{\text{пл}}/4 - T_{\text{пл}}/2$ скольжение идет преимущественно по плоскости $\{110\}$, а при температурах выше $T_{\text{пл}}/2$ преобладают плоскости $\{123\}$ [3]. При комнатной температуре скольжение в о.ц.к. железе осуществляется по всем трем плоскостям в направлении $\langle 111 \rangle$.

В поликристаллическом α -железе скольжение часто идет по волнистой поверхности (рис. 2.2). Сложная поверхность скольжения представляет собой как бы поверхность, состоящую из граней призмы, каждая из которой совпадает с какой-либо плоскостью скольжения, а ребра — линии пересечения этих плоскостей — с направлением скольжения. Само

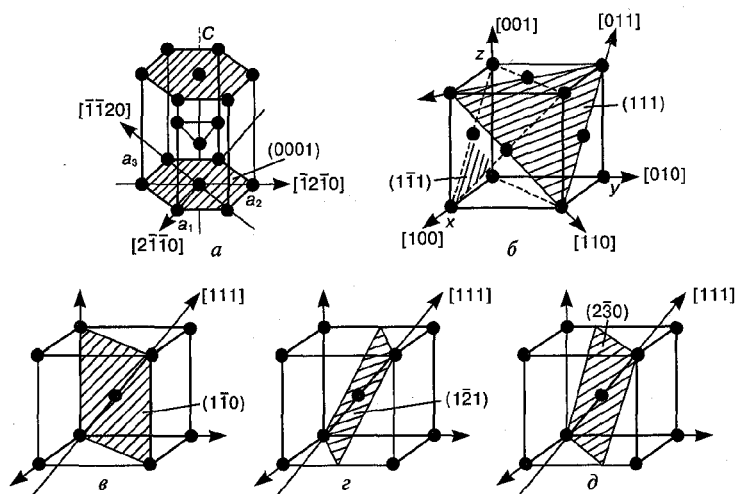


Рис. 2.1. Основные системы скольжения в решетках г.п. (а), г.ц.к. (б) и о.ц.к. (в — д)

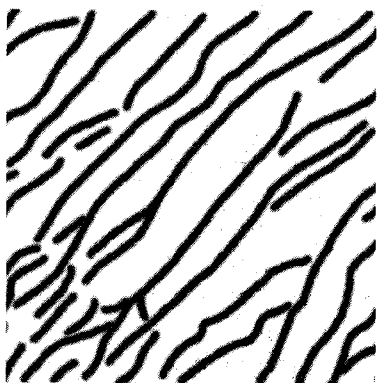


Рис. 2.2. Полосы скольжения в α -железе ($\times 100$)

скольжение напоминает продольный сдвиг в связке карандашей, поэтому получило название «карандашное». Оно становится возможным при наличии достаточного числа систем скольжения (48), содержащих один и тот же вектор сдвига. Извилистость линий скольжения в о.ц.к. металлах связана с частым попережным скольжением.

Деформация гексагональных плотноупакованных (г.п.)

металлов обычно начинается скольжением, но симметрия решетки и возможных систем скольжения меньше, чем у г.ц.к. и о.ц.к. металлов, что приводит к значительному развитию двойникования уже при степенях деформации $\varepsilon < 0,2$ [3]. Несмотря на большое количество двойников в микроструктуре, вклад их в общую деформацию невелик, что объясняется ограниченной величиной сдвига при двойниковании. Когда двойникование затухает, деформация скольжением начинается во вновь образованных двойниках и весь процесс повторяется.

В г.п. металлах одна плотноупакованная плоскость — плоскость базиса (0001) (см. рис. 2.1, табл. 2.1). Базисное скольжение преобладает в металлах с «длинной» осью «с» — $c/a > 1,633$. При «короткой» оси «с» оно может работать при повышенной температуре, например выше $0,4 T_{пл}$ в Zr [5]. При $c/a < 1,633$ возможно скольжение по плоскости призмы и плоскостям пирамиды (см. рис. 2.1, табл. 2.1), так называемые *призматическое* и *пирамидальное* скольжения.

Особенности г.п. решетки в том, что плоскостей скольжения в каждой совокупности мало и можно говорить о преобладающем скольжении одного типа при небольшом вкладе другой совокупности.

Фактор Шмидта

При анализе процесса скольжения под воздействием внешне приложенного (например, растягивающего) напряжения о следует учитывать, что сдвиг вызывается касательным напря-

жением, действующим в плоскости скольжения и в направлении скольжения. Его называют *приведенным напряжением сдвига* $\tau_{кр}$ (рис. 2.3). Зависимость между $\tau_{кр}$ и σ имеет вид:

$$\tau_{кр} = \sigma \cos\varphi \cos\psi, \quad (2.1)$$

где $\cos\varphi \cos\psi$ — фактор ориентации или фактор Шмида.

Чем фактор Шмида меньше, тем ниже приведенное напряжение сдвига в данной системе скольжения.

Пластическая деформация в данной системе скольжения начнется тогда, когда приведенное напряжение сдвига достигнет значения *критического напряжения сдвига* $\tau_{кр}$ (или критического приведенного напряжения сдвига), которое является важной характеристикой механических свойств вещества.

Необходимо учитывать, что $\tau_{кр}$ резко растет с уменьшением чистоты металла. Это следует принимать во внимание при изучении влияния других факторов (температуры и скорости деформации, структуры и др.) на $\tau_{кр}$.

Из равенства (2.1) следует, что значение $\tau_{кр}$ зависит от ориентировки системы скольжения относительно внешнего усилия. В случае двух ориентировок — когда ось растяжения нормальна к плоскости скольжения и когда она параллельна этой плоскости — скольжения не будет, так как $\tau_{кр} = 0$. Когда плоскость скольжения наклонена к оси растяжения на 45° , значение $\tau_{кр} = 0,5 \sigma$ будет максимальным.

Подобно тому, как напряжение сдвига более явно, чем приложенное растягивающее напряжение, характеризует величину напряжения, вызывающего сдвиг (пластическую деформацию) в материале, для оценки истинной деформации нужно брать не общее удлинение образца в процентах, т. е. не общую деформацию, а величину относительного смещения двух ближайших соседних плоскостей скольжения, которую называют *сдви-*

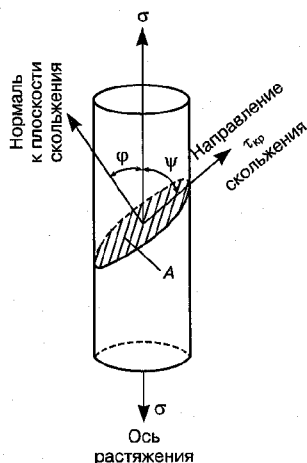


Рис. 2.3. Связь между приложенным напряжением σ и напряжением сдвига $\tau_{кр}$ (схема):

A — плоскость скольжения

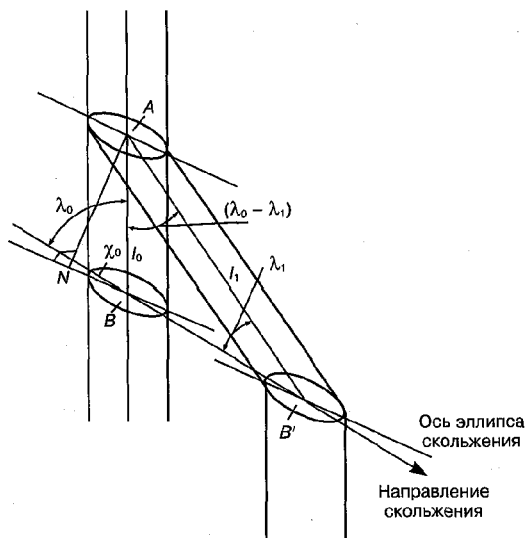


Рис. 2.4. К определению сдвиговой деформации

говой деформацией (рис. 2.4) [6]. Связано это с тем, что в процессе скольжения изменяется геометрия образца, и как следствие — направление скольжения поворачивается к оси растяжения.

Если известны начальная и конечная ориентировки элементов скольжения — углы между осью растяжения, с одной стороны, и направлением скольжения до λ_0 и после λ_1 деформации, а также углы между плоскостью скольжения до деформации χ_0 и после — χ_1 , то сдвиговая деформация ϵ определяется из зависимости:

$$\epsilon = (\cos \lambda_1 / \sin \chi_1) (\cos \alpha_0 / \sin \chi_0). \quad (2.2)$$

Если же известна только начальная ориентировка (λ_0 и λ_1), а также l_0 и l_1 , то

$$\epsilon = 1 / \sin \chi_0 (\sqrt{(l_1 / l_0)^2 - \sin^2 \lambda_0}) - \cos \lambda_0. \quad (2.3)$$

Отсюда ясно, что при наличии в кристалле нескольких систем скольжения, различно ориентированных относительно внешних сил, пластическая деформация по мере увеличения внеш-

него напряжения начнется раньше в наиболее благоприятно ориентированной системе, а именно в той, для которой приведенное напряжение сдвига раньше достигает значения критического напряжения сдвига. Такая система скольжения называется *первичной* или системой *легкого скольжения*.

С увеличением приложенного напряжения скольжение распространяется и на менее благоприятно ориентированные *вторичные* системы скольжения, начинается *множественное* скольжение.

Кривые напряжение–деформация

Непосредственное изучение дислокационной структуры деформированных металлов и сплавов не всегда доступно. В этой связи весьма важны данные об упрочнении в ходе деформации. Эта особенность металлов непосредственно связана с дислокационной структурой, возникающей при деформации и препятствующей дальнейшей деформации. В результате критическое сдвиговое напряжение $\tau_{кр}$, необходимое для дальнейшей деформации ϵ , меняется в ходе самого процесса и тем сильнее, чем большее сопротивление движению дислокации оказывает дислокационная структура, созданная предшествующей обработкой, а это сопротивление тем больше, чем больше плотность дислокаций.

Кривые *напряжение–деформация* $\sigma-\epsilon$ (кривые упрочнения) по существу показывают, какое сдвиговое напряжение необходимо приложить, чтобы вызвать дальнейшую пластическую деформацию при данной плотности дислокаций и их распределении, созданном предшествовавшей обработкой.

Монокристаллы. На рис. 2.5 представлены типичные кривые *напряжение–деформация* для г.ц.к., г.п. ($c/a \geq 1,633$) и о.ц.к. монокристаллов, деформированных растяжением. Наиболее характерна кривая г.ц.к. крис-

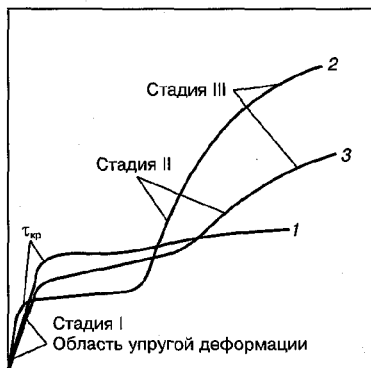


Рис. 2.5. Характерный вид кривых *напряжение–деформация* для г.к. (1), г.ц.к. (2) и о.ц.к. (3) кристаллов, благоприятно ориентированных для легкого скольжения (схема)

талла. На ней отчетливо выявляются три стадии упрочнения; на кривых для кристаллов с решетками других типов некоторые из них выражены слабо. Помимо типа решетки на вид кривых и относительную долю указанных трех стадий в общей деформации влияют и другие факторы. Главные из них следующие:

- энергия дефектов упаковки и отношение c/a (для гексагональных металлов);
- ориентировка кристалла;
- степень чистоты материала, количество и природа примесей и легирующих добавок;
- температура и скорость деформации.

Рассмотрим отдельные стадии кривой упрочнения. На первой стадии кривая состоит из двух линейных участков — начального участка упругой (обратимой) деформации и последующего участка пластической (необратимой) деформации. Переходу ко второму участку соответствует изгиб кривой $\tau-\epsilon$, отражающий начало пластической деформации.

Коэффициент упрочнения на первом участке в соответствии с законом Гука равен модулю сдвига G , на линейном участке пластической деформации коэффициент упрочнения θ_1 очень мал и составляет для г.п. и г.ц.к. металлов величину, близкую к $10^{-4} G$, а для о.ц.к. кристаллов $\sim 10^{-3} G$. Малая величина θ_1 дала основание назвать первую стадию *стадией легкого скольжения*. Важными параметрами ее являются также критические сдвиговые напряжения $\tau_{кр}$ и величина максимальной сдвиговой деформации ϵ_1 . Как будет показано ниже, для металлов, разных по природе и чистоте, и различных условий деформации значения этих величин могут колебаться в очень широких пределах.

Для высокочистых простых металлов $\tau_{кр}$ очень мало по величине (например, для Cu, Ag $\sim 0,5$ МПа). Значения $\tau_{кр}$ выше для переходных о.ц.к. металлов, где они сильно зависят от системы скольжения. Например, для $\alpha\text{-Fe}$ $\{110\} \langle 111 \rangle$ $\tau_{кр} = 22$ МПа, а для $\{123\} \langle 111 \rangle$ $\tau_{кр} = 45$ МПа. Для о.ц.к. и г.п. металлов $\tau_{кр}$ очень сильно зависит от примесей.

Вторая стадия, наступающая с увеличением деформации сверх ϵ_1 , также характеризуется линейной зависимостью $\tau = f(\epsilon)$, но коэффициент упрочнения на этой стадии θ_2 суще-

ственно больше (примерно в 30 раз), чем θ_1 , и равен для чистых металлов $\sim G/300$. Вторая стадия — *стадия множественного скольжения*.

Вторая стадия меньше подвержена влиянию разных факторов, чем первая. В частности, коэффициент θ_2 не зависит от температуры (точнее, зависит от температуры так же, как и модуль G). Переменными являются протяженность второй стадии и начало перехода в третью стадию — *стадию поперечного скольжения*, или *стадию динамического возврата*. Для последней характерно то, что участок кривой, соответствующий ей, имеет не линейный, а параболический вид. Степень упрочнения на третьей стадии уменьшается с увеличением степени деформации. Уменьшение интенсивности упрочнения на третьей стадии связано с поперечным скольжением винтовых дислокаций и получило название «динамический возврат». Начало третьей стадии особенно чувствительно к температуре деформации $T_{\text{деф}}$ и энергии дефектов упаковки. С повышением температуры начало третьей стадии смещается к меньшим значениям ϵ .

Протяженность стадий сокращается при увеличении энергии дефектов упаковки за счет выхода винтовых дислокаций из своих плоскостей скольжения путем поперечного скольжения.

Протяженность первой стадии сильно зависит от ориентировки кристалла при деформации. Наиболее ярко выражена она у г.п. монокристаллов. Например, при условии базисного скольжения в г.п. монокристаллах деформация на первой стадии может достигать 200 % и более [2]. Если кристалл ориентирован менее благоприятно, то протяженность первой стадии резко сокращается.

Влияние ориентировки резко сказывается и на кривых $\tau = f(\epsilon)$ для г.ц.к. и о.ц.к. монокристаллов. При этом меняются в широких пределах как протяженность первой стадии, так и коэффициент упрочнения θ_1 .

Протяженность первой стадии у г.ц.к. кристаллов (Cu, Ag и др.) максимальна для ориентировки, близкой к [011], достигая 15 %, и минимальна для кристаллов, ось растяжения которых близка или совпадает с направлениями [111] и [001]. В соответствии со сказанным выше при этом должны действовать три или четыре системы скольжения соответственно.

Эти данные, как и непосредственные структурные исследования, свидетельствуют о том, что в г.ц.к. кристаллах и на первой стадии небольшая доля скольжения происходит во вторичных системах. По мере поворота оси кристалла в ходе деформации к направлениям $[111]$ — $[001]$ доля эта заметно растет. О пластическом скольжении по вторичным системам на первой стадии свидетельствует и наличие полос сброса, обнаруживаемых иногда на этой стадии. В случае о.ц.к. кристаллов ориентировки, благоприятные для скольжения по первичной системе, расположены в удалении от симметричной границы $[001]$ — $[101]$.

Протяженность первой стадии у о.ц.к. кристаллов при одинаковой чистоте, как правило, меньше, чем у г.ц.к. На характер кривых $\tau = f(\epsilon)$ для о.ц.к. кристаллов оказывает влияние содержание в них примесей, очистка от которых о.ц.к. металлов очень затруднена.

Данные о влиянии температуры деформации на первую стадию не всегда однозначны. Связано это с тем, что в разных работах исследовались разные температурные интервалы, материалы разной чистоты и др. Видимо, справедлив вывод о том, что в случае г.ц.к. и о.ц.к. кристаллов понижение температуры деформации увеличивает протяженность первой стадии (рис. 2.6) и уменьшает, соответственно, скорость упрочнения θ_1 [7]. С понижением температуры повышается критическое напряжение сдвига во вторичных системах $\tau_{кр}^{вт}$, и для того, чтобы приведенное напряжение сдвига превысило в них $\tau_{кр}$, нужны большие степени деформации. При относительно высоких температурах ($T_{деф}/T_{пл} > 0,3$) коэффициент упрочнения начинает снижаться за счет процессов возврата.

Очень резко на первую стадию упрочнения, независимо от типа решетки, влияют примеси. Растворенные примеси увеличивают протяженность первой стадии, видимо, действуя так же, как и понижение температуры [2, 6]. Кроме того, растворенные примеси повышают критическое напряжение сдвига $\tau_{кр}$. Более того, для о.ц.к. кристаллов, содержащих растворенные примеси внедрения, на кривой $\tau = f(\epsilon)$ часто выявляется зуб текучести и верхний (1) и нижний (2) пределы текучести соответственно (рис. 2.7).

Появление верхнего предела текучести обусловлено в значительной степени блокированием дислокации примесными

атмосферами. Вместе с тем сильная зависимость критического приведенного напряжения сдвига о.п.к. монокристаллов от температуры может быть доводом в пользу того, что наличие зуба текучести связано с температурно-зависимыми силами Пайерлса-Набарро.

Если же примеси образуют вторую фазу, то даже при малом ее количестве первая стадия упрочнения сокращается или даже полностью исчезает. Дисперсные частицы избыточных фаз играют роль барьеров для дислокаций первичной системы. В результате в локальных областях вблизи этих частиц уже при малых деформациях инициируется скольжение по другим системам скольжения, т. е. начинается множественное скольжение. Наличие примесей (легирование) увеличивает протяженность переходных областей и делает менее явно выраженной вторую стадию даже для г.д.к. металлов. Почти всегда энергия дефектов упаковки сплава (твердого раствора) меньше энергии дефектов упаковки чистого металла, поэтому поперечное скольжение в них затруднено, и третья стадия начинается при более высоких напряжениях, чем у чистых металлов.

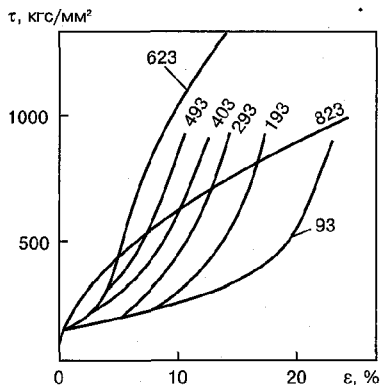


Рис. 2.6. Кривые τ - ε для одинаково ориентированных кристаллов меди, деформированных при разных температурах, К

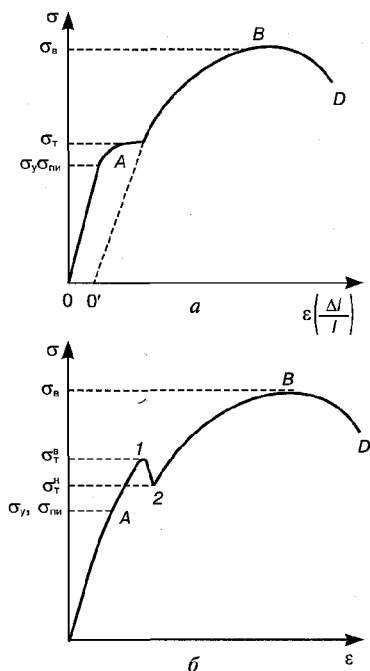


Рис. 2.7. Типы кривых деформация-упрочнение:
а — г.д.к. кристаллы;
б — о.п.к. кристаллы

Повышение температуры деформации ускоряет начало третьей стадии и тем самым сокращает вторую стадию. Аналогично влияет повышение энергии дефектов упаковки $\gamma_{д.у.}$, которое также уменьшает протяженность второй стадии не меняя θ_2 , т.е. повышение $\gamma_{д.у.}$ ускоряет начало третьей стадии. Это дало основание предположить, что резкое увеличение упрочнения на второй стадии связано главным образом с вкладом температурно-независимых процессов.

Третья стадия упрочнения, для которой зависимость напряжения от деформации имеет параболический вид, характеризуется уменьшением интенсивности упрочнения. Величина θ_3 уменьшается с увеличением степени деформации. Эта стадия намного менее чувствительна к большинству факторов, существенных для первой и второй стадий, таких, как ориентировка кристаллов, примеси, тип решетки. Сильнее влияют температура и энергия дефектов упаковки. Эти два параметра существенно влияют на начало третьей стадии упрочнения и ее вклад в общую деформацию.

Чем больше энергия дефектов упаковки, тем меньше ширина расщепленных винтовых дислокаций, тем легче идет поперечное скольжение. Для веществ с высокими значениями $\gamma_{д.у.}$ (Al, Fe, Cr и др.) переход к третьей стадии совершается при более низких температурах, чем для веществ с низкой $\gamma_{д.у.}$ (Cu, Ag, Au...).

С повышением температуры деформации третья стадия начинается при меньших степенях деформации, и ее вклад в общую деформацию становится все более доминирующим. На рис. 2.6 это показано на примере меди [7].

Поликристаллы. Кривые напряжение–деформация поликристаллов имеют свои особенности. Основная — почти полное отсутствие стадии легкого скольжения — вызвана тем, что уже после весьма небольших деформаций в кристаллитах, и в приграничных объемах начинается множественное скольжение. Например, на первой стадии деформации ϵ_1 для алюминия не превышает 2 % [2].

Вторая стадия выражена более четко, чем первая. Она, как и в монокристаллах, имеет линейный характер, а ее протяженность и наступление третьей стадии подчиняются тем же закономерностям, что и в случае монокристаллов. Понижение температуры деформации и энергии дефектов упаковки рас-

ширяет вторую стадию до более высоких степеней деформации и увеличивает абсолютную величину упрочнения и его интенсивность. Отсюда понятно, почему у алюминия высокой чистоты, характеризующегося большой величиной $\gamma_{д.у.}$ и относительно низкой температурой плавления, в случае деформации при комнатной температуре вторая стадия вообще не обнаруживается.

Третья стадия характеризуется параболической кривой, как и в случае монокристаллов, и такой же зависимостью от температуры деформации и энергии $\gamma_{д.у.}$. Она зависит также от величины зерна. С уменьшением величины зерна смещается к меньшим степеням деформации.

Влияние типа решетки согласуется с ранее описанными данными для монокристаллов. Поликристаллы с о.ц.к. решеткой при прочих равных условиях упрочняются слабее, чем поликристаллы с г.ц.к. решеткой. Характерной особенностью кривых для о.ц.к. металлов, таких как железо, а также для переходных тугоплавких металлов V и VI групп является наличие отчетливо выраженного зуба текучести. При этом с уменьшением величины зерна зуб текучести проявляется более четко. Интенсивно растет верхний предел текучести, связанный с движением блокированных дислокаций. Это нельзя объяснить только влиянием атмосфер Коттрелла с участием примесей внедрения; возможно, имеют значение особенности структуры дислокационных скоплений и длина дислокационных источников.

Стадии структурообразования при холодной деформации

Монокристаллы. Рассмотрим особенности структурных изменений на разных стадиях упрочнения.

На первой стадии в случае, характеризуемом кривыми $\tau = f(\epsilon)$, приведенными на рис. 2.5, сдвиг совершается скольжением дислокации в одной, первичной системе скольжения из источников, которые имеются до начала деформации.

Существенные помехи движению дислокаций отсутствуют, и потому длина свободного пробега дислокации, как правило, велика. Большая часть дислокаций достигает поверхности кристалла, образуя на ней ступеньки. Выход на поверхность большого числа дислокаций, перемещавшихся в одной плоскости, металлографически проявляется в виде линий скольжения.

Их удается видеть на полированной поверхности монокристаллов с помощью световой микроскопии. При электронно-микроскопическом исследовании видны весьма однородно расположенные длинные линии скольжения с относительно малой высотой ступеньки ($50 \dots 100 \text{ \AA}$) (рис. 2.8, *а*) [8].

Электронно-микроскопические наблюдения показывают, что на второй стадии линии скольжения становятся значительно короче, чем на первой; кроме того, образуются сложные сплетения дислокаций (рис. 2.8, *б*) [8], которые располагаются вдоль действующих плоскостей скольжения и окружают области, относительно свободные от дислокаций. Таким образом, на второй стадии уже начинается процесс формирования ячеистой структуры.

На поверхности деформируемых кристаллов начинают возникать полосы скольжения, представляющие собой группы близко расположенных линий скольжения. На второй стадии все большую роль играет скольжение во вторичных системах.

Взаимодействие дислокации первичной и вторичной систем ведет к образованию сидячих дислокаций Ломер–Коттрелла, играющих, по Зегеру, роль барьеров, у которых образуются

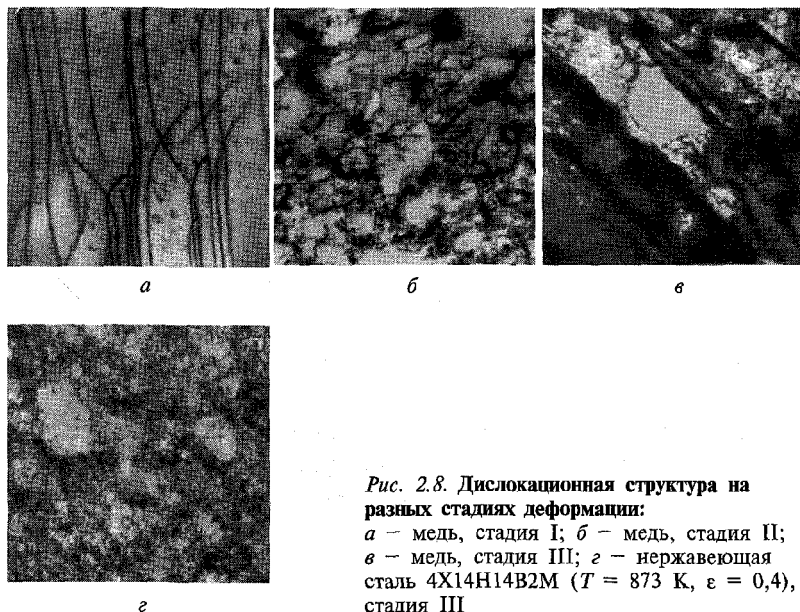


Рис. 2.8. Дислокационная структура на разных стадиях деформации:
а — медь, стадия I; *б* — медь, стадия II;
в — медь, стадия III; *г* — нержавеющая сталь 4X14H14B2M ($T = 873 \text{ K}$, $\epsilon = 0,4$), стадия III

дислокационные скопления малых групп дислокаций одного знака. Среднее число дислокаций в таком скоплении, например в меди, составляет 20...25. Группы дислокаций противоположных знаков стабилизируют друг друга. Расстояния, на которые могут перемещаться дислокации, уменьшаются тем больше, чем больше степень деформации.

Роль барьеров, по предположениям Мотта и Хирша, могут играть также ступеньки на дислокациях первичной системы, образующиеся при их пересечении дислокациями вторичных систем.

Неконсервативное движение ступенек на винтовых дислокациях энергетически затруднено, так как при этом должны возникать вакансии или межузельные атомы. У металлов с малой энергией дефектов упаковки дополнительно может сказываться склонность ступенек расщепляться на частичные дислокации. Такие ступеньки, двигаясь за дислокациями, должны образовывать диполи, также препятствующие движению дислокации, причем иногда даже на первой стадии упрочнения. В таком случае упрочнение на второй стадии должно быть больше в кристаллах с меньшей энергией дефектов упаковки $\gamma_{д.у.}$, что и наблюдается.

Общим во всех предположениях является то, что число N препятствий движению дислокации на второй стадии растет, а расстояние l между препятствиями соответственно уменьшается и, поскольку напряжение обратно пропорционально расстоянию l , а $N \sim 1/l^3$, величина $\tau_{кр} \sim N^3$.

Энергия $\gamma_{д.у.}$, как известно, во многом определяет склонность материала к процессу поперечного скольжения. Чем больше $\gamma_{д.у.}$, тем меньше ширина расщепленной винтовой дислокации (дефекта упаковки) и тем меньше напряжение, необходимое для того, чтобы сжать расщепленную дислокацию и перевести ее из плоскости скольжения, где ее движение заторможено, в другую плоскость скольжения той же зоны, имеющей общее направление сдвига с первичной плоскостью скольжения, где дислокация может продолжать движение.

По-видимому, третья стадия наступает тогда, когда создается возможность с помощью поперечного скольжения преодолеть дислокационные скопления барьеров, образовавшихся на их пути на второй стадии, и прежде всего барьеров Ломер-Коттрелла.

Поперечное скольжение винтовых дислокаций приводит к частичной релаксации напряжений и группировке дислокаций в объемные сетки (ячейки), внутри которых расположены менее искаженные области решетки — так называемая ячеистая структура (рис. 2.8, в, г) [9]¹.

Ячеистая структура формируется тем раньше (по степени деформации), чем выше $\gamma_{д.у.}$. Поперечное скольжение обеспечивает возможность аннигиляции отдельных дислокаций противоположных знаков, что также ведет к уменьшению упругих напряжений и коэффициента упрочнения.

Ячейки представляют собой области размером, близким по порядку величины к микрону (от десятых долей до нескольких микронов). Толщина стенок ячеек составляет десятые доли размера последних и тем меньше, чем выше температура деформации и больше энергия $\gamma_{д.у.}$.

Характерным для третьей стадии является также появление грубых полос скольжения, представляющих собой группы близко расположенных линий скольжения. Полосы скольжения относительно коротки и соединяются друг с другом с помощью поперечного скольжения. Формирование полос скольжения включает также частичную аннигиляцию дислокации [2]. При дальнейшей деформации скольжение сосредоточивается в полосах скольжения. Сдвиг в промежутках между полосами прекращается.

В монокристаллах, благоприятно ориентированных для легкого скольжения, дислокационные скопления и ячеистая структура не наблюдаются вплоть до очень высоких степеней деформации, а при одинаковой степени деформации формирование ячеистой структуры облегчается повышением температуры деформации.

Поликристаллы. Переход от монокристаллов к поликристаллам, с которыми мы чаще всего встречаемся на практике, существенно изменяет характер структурных изменений при деформации и вид кривой $\tau = f(\epsilon)$, особенно на первой стадии упрочнения. Вместе с тем важнейшие отличительные черты, особенно второй и третьей стадий, в основном сохраняются и в поликристаллах.

Основные изменения вызваны тем, что каждый кристаллит поликристалла ориентирован в пространстве, а значит, и по

¹Левит В.И. Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. Свердловск, 1986. — 386 с.

отношению к внешним силам иначе, чем окружающие его соседние кристаллиты, от которых он отделен границами зерен. Поэтому даже в том случае, когда поликристалл подвергается действию внешних напряжений, наиболее простых по характеру анизотропии, например одноосному растяжению, в разных кристаллитах скольжение начинается не одновременно и идет по системам скольжения, различно ориентированным в пространстве. Следовательно, и изменение размеров (удлинение) у разных кристаллитов неодинаково в разных направлениях. По этой причине каждый кристаллит испытывает, помимо воздействия внешних сил, воздействие от соседних с ним кристаллитов, не совпадающее по направлению с первым.

Чтобы обеспечить целостность материала и непрерывность его при переходе через границы зерен в кристаллитах, уже на начальных стадиях деформации должно, как правило, реализоваться множественное скольжение. Хотя каждое зерно как монокристалл проходит все стадии деформационного упрочнения. Характер и результат воздействия соседних кристаллитов на данный кристаллит зависят в значительной мере от типа границ зерен, от того, насколько большим препятствием для движения дислокаций они являются.

В случае холодной деформации границы зерен всегда оказываются более прочными, чем внутренние объемы. При высоких температурах, когда становится ощутимым вклад диффузионных процессов, менее прочными оказываются границы.

Прочность границ при холодной деформации зависит от угла разориентировки, т. е. от плотности дислокаций в границе. Чалмерс и Кларк [10] показали на бикристаллах олова и алюминия, что пределы упругости и текучести резко растут (в 1,5 и 4 раза) с увеличением угла разориентировки до $\sim 60^\circ$. Это означает, что растет роль границ как препятствия движению дислокаций в местах скопления последних. Однако это не означает, что деформация приостанавливается, достигнув границы зерна. Последняя может быть местом резкого градиента деформации и, как правило, им является.

М.П. Усиков и Л.М. Утевский [11] наблюдали возбуждение источников дислокаций на границах зерен в никеле и никроме под влиянием напряжений, которые создают в данном зерне дислокации соседнего зерна, подошедшие к границе и остановленные ею. Авторы назвали это «эстафетной» передачей

деформации от зерна к зерну. В тех случаях, когда соседние зерна имеют совпадающее направление скольжения, линия скольжения может пересечь границу не меняя направления. Однако в общем случае системы скольжения по обе стороны границы различны.

Границы зерен ответственны за существенную внутризеренную неоднородность деформации. Одним из ее проявлений является образование дислокационных скоплений у границ зерен. В этих участках раньше, чем в объеме зерен, начинается множественное скольжение и возникают области, максимально разориентированные относительно окружения.

Системы скольжения, действующие у границ и в объеме зерен, часто различаются, подвергаясь воздействию соседних зерен; в результате различаются и степени деформации областей вблизи границ и в объеме зерна. Чем крупнее размер исходных зерен, тем эта разница больше, особенно при небольших и средних степенях деформации.

В мелкозернистом материале области множественного скольжения, распространяясь от границ, охватывают и центральные объемы кристаллитов. Более того, в таком материале становится возможным взаимодействие внутри зерна дислокаций, движущихся от разных границ этого зерна.

Результатом этого является важный для понимания рекристаллизации факт более интенсивного упрочнения мелкозернистых материалов по сравнению с крупнозернистыми, а также то, что в крупнозернистых материалах центральные объемы зерен менее наклепаны, чем приграничные [2].

Следствием того, что в разных объемах одних и тех же зерен действуют разные системы скольжения, является то, что в поликристаллах значительно чаще, чем в монокристаллах, наблюдается неоднородный характер деформации разных объемов, вызывающий изгиб и различные случаи локальных поворотов решетки, таких, как двойникование, образование полос сброса, переходных полос и т. п. Эти особенности структуры деформированных поликристаллов очень важны для понимания механизма рекристаллизации.

Авторы [12] установили, на примере трансформаторной стали, что в кристаллитах можно выделить пять характерных микрорегионов, четыре из которых схематически показаны на рис. 2.9: 1 — полосы деформации; 2 — переходные полосы;

3 — приграничные области (области, примыкающие к большеугловым границам исходных зерен); 4 — области вокруг неметаллических включений (вообще частиц дисперсных фаз); 5 — двойники деформации (в трансформаторной стали их часто называют полосами Неймана).

Особенности структуры и разориентировок после деформации и, в частности, переходных полос в кристаллитах поликристаллов можно описать на типичном примере кристаллитов, имеющих после прокатки ориентировку $(111)[11\bar{2}]$ (для большинства других ориентировок картина является сходной).

Переходные полосы, разделяющие полосы деформации с ориентировкой $(111)[11\bar{2}]$, представляют собой области, которые вытянуты в направлении, перпендикулярном направлению прокатки (см. рис. 2.9, а, в). Их толщина имеет размер в несколько мкм и состоит из 15...20 ячеек. Вдоль переходной полосы ячейки ориентированы в направлении $[110]$, но отличаются друг от друга ориентировкой плоскости (111) . От ячейки к ячейке эта плоскость закономерно дискретно поворачивается вокруг направления $[110]$ на 3...4°,

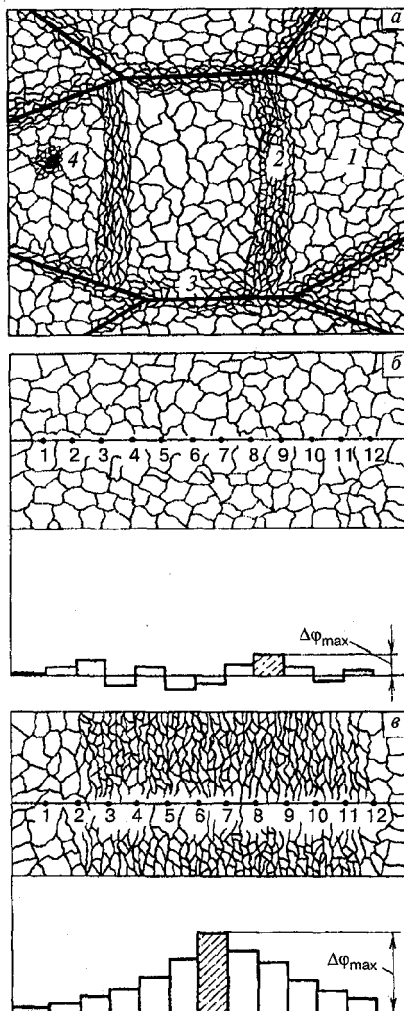


Рис. 2.9. Характер субструктуры и локальные разориентировки в деформированной трансформаторной стали (схема):
а — характерные области в пределах деформированных кристаллитов;
б — характер разориентировки ячеек (субзерен) в полосах деформации;
в — то же в переходных полосах;
 $\Delta\phi$ — угол разориентации зерен

так что в середине переходной полосы разориентировка относительно соседних полос деформации является максимальной и достигает $30...40^\circ$.

В полосах деформации, имевших размеры в десятки микрон, разориентировки между смежными ячейками также составляли $\sim 3^\circ$. Однако в отличие от переходных полос, разориентировки при последовательном переходе от ячейки к ячейке не накапливаются, а носят случайный характер. В результате тензорная плотность дислокаций, усредненная по всей полосе деформации (избыток дислокаций одного знака), практически равна нулю (см. рис. 2.9).

Приграничные области отличаются тем, что разориентировки от ячейки к ячейке в них накапливаются, как и в переходных полосах, но менее закономерно. Характер и величина разориентировок существенно зависят от ориентировки смежных кристаллитов относительно друг друга и внешних деформирующих сил. Полосы Неймана обнаруживались только в относительно крупных зернах и обладали субструктурой более совершенной, чем полосы деформации. Области вблизи включений характеризуются сильными локальными разориентировками.

Наличие закономерных разориентировок в переходных полосах делает их, как и границы зерен, предпочтительным местом формирования центров рекристаллизации.

В поликристаллах также чем меньше $\gamma_{д.у.}$, тем при прочих равных условиях выше температура деформации, при которой начинает формироваться ячеистая структура, тем меньше размер ячеек при данной температуре и больше толщина стенок. Уменьшению размера ячеек способствуют, кроме того, увеличение степени и понижение температуры деформации.

Подчеркнем, что повышение температуры деформации не только облегчает поперечное скольжение и ускоряет начало третьей стадии, но и способствует образованию ячеистой структуры с более совершенными и узкими стенками, хотя и менее правильными, чем после холодной деформации и последующей полигонизации. Вместе с тем уменьшается общая плотность дефектов — из-за аннигиляции части дислокаций при поперечном скольжении и стоке точечных дефектов. Уменьшается избыток дислокации одного знака, а их распределение становится более однородным.

2.2. Деформация двойникованием

Другой механизм деформации — *двойникование* представляет собой локализованный сдвиговой процесс, который охватывает небольшие, но четко ограниченные объемы внутри кристалла. Двойникование не похоже на процесс индивидуального скольжения отдельных дислокаций, хотя и осуществляется путем сдвига, но ограничивается одной кристаллографической плоскостью, и возникающие дефекты по своему характеру являются двумерными. Различие в трансформации решетки при скольжении и при двойниковании схематически показано на рис. 2.10 [6].

В результате этого процесса зерно скачкообразно делится плоскостью двойникования на две части, причем кристаллическая решетка одной части зерна становится зеркальным отражением решетки другой части, лежащей по другую сторону от плоскости двойникования. Величина смещения каждой из параллельных плоскостей пропорциональна ее расстоянию от плоскости двойникования.

Видимая в структуре прямая граница двойников (рис. 2.11, *а*) представляет собой след пересечения плоскости границы матрица — двойник с плоскостью шлифа. На этой границе между расположением атомов в матрице и в двойнике имеется закономерная или, как говорят, когерентная связь. Когерентные границы двойника имеют упругую энергию, значительно меньшую, чем у обычных некогерентных границ. Она пропорциональна энергии дефекта упаковки.

Двойники возникают и при отжиге (в том числе и рекристаллизации) ряда г.п. и г.ц.к. металлов и сплавов (рис. 2.11, *б*) с малой энергией дефекта упаковки, в то время как в алюминии они практически отсутствуют.

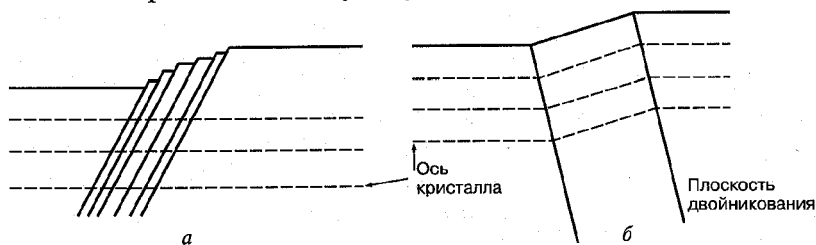


Рис. 2.10. Различие между скольжением (*а*) и двойникованием (*б*)

Двойникование происходит при определенной критической величине касательного напряжения, аналогичной критическому скалывающему напряжению при скольжении.

Количественная связь между напряжением сдвига двойникованием $\tau_{кр(дв)}$ и энергией дефектов упаковки $\gamma_{д.у.}$ имеет вид [2]:

$$\tau_{кр(дв)} = \gamma_{д.у.}/b + Gb_1/2a, \quad (2.4)$$

где b — вектор Бюргерса двойнивающей дислокации; G — модуль сдвига; a — радиус полупетли двойнивающей дислокации.

Если $\gamma_{д.у.}$ велико, то $\tau_{кр(дв)}$ может быть больше критического напряжения обычным скольжением, которое реализуется по недвойнивающим плоскостям. Если $\gamma_{д.у.}$ мало и $\tau_{кр(дв)} < \tau_{кр(ск)}$, то реализуется двойникование. Так, в меди ($\gamma_{д.у.} \leq 60$ эрг/см²) и ее сплавах двойники наблюдаются очень часто (особенно двойники отжига), тогда как в алюминии ($\gamma_{д.у.} > 200$ эрг/см²) они очень редки. При высокоскоростной деформации двойникование в меди начинается при давлении около $3 \cdot 10^{-4}$ ат, а в никеле — $3 \cdot 10^5$ ат.

Малой величиной поля упругих напряжений когерентных границ двойника объясняется их неподвижность и большая стабильность двойников. Когерентная граница практически никогда не мигрирует, и поэтому двойники никогда не растут в ширину вследствие миграции этой границы, а растут только

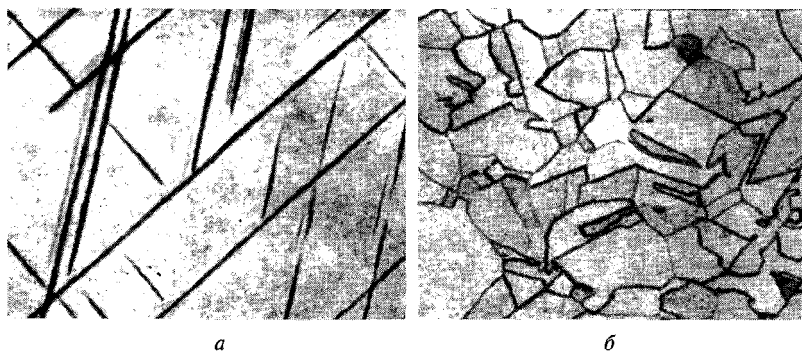


Рис. 2.11. Двойники деформации (а) и отжига (б):
а — железо; б — никель

вследствие миграции торцевых некогерентных границ (ступенек). Для устранения двойников нужны весьма высокие температуры отжига.

В работе [13] при наблюдении процесса исчезновения двойников в процессе высокотемпературного отжига нихрома было обнаружено, что, как правило, двойник исчезает не в результате одновременного движения всей торцевой границы, а при последовательном движении отдельных ступенек (рис. 2.12). Можно предполагать, что высокая скорость движения отдельных ступенек связана с дислокационной природой некогерентной (торцевой) границы двойника, названной Фриделем [14] двойнивающей дислокацией. Последняя представляет собой уступ на когерентной границе двойника, показанный на рис. 2.13.

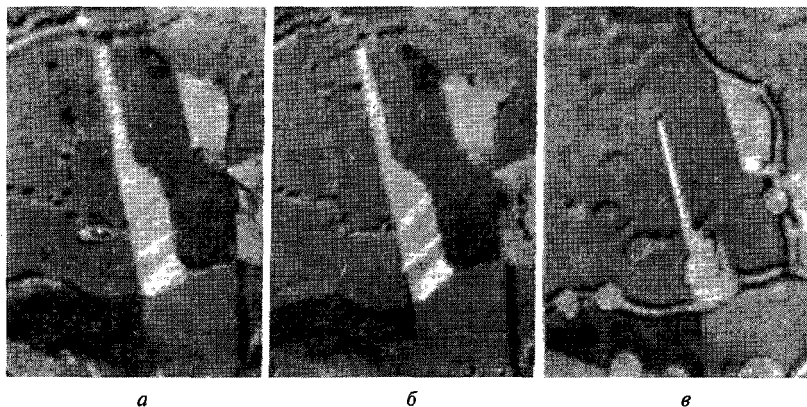


Рис. 2.12. Исчезновение двойника в процессе отжига нихрома: а — исходное состояние; б — 1000 °С, 180 с; в — 1050 °С, 600 с

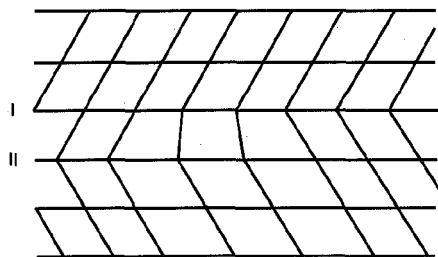


Рис. 2.13. Структура двойнивающей дислокации по Фриделю. Когерентная граница переходит из плоскости I в плоскость II

Кроме малой энергии дефектов упаковки, двойникованию способствуют такие условия деформации, которые неблагоприятны для обычного скольжения дислокаций, в частности малое число систем скольжения. Так, в случае гексагональных кристаллов, в которых двойникование встречается чаще всего, базисное скольжение, как отмечалось выше, становится невозможным, если деформация идет в направлении, параллельном плоскости базиса или отклоняющемся от него на 5...10%. В этих условиях реализуется деформация двойникованием, хотя приведенное напряжение двойникования в среднем на порядок больше напряжения скольжения (для кадмия соответственно 100...700 гс/мм² и 20...30 гс/мм²). В г.к. кристаллах, у которых $c/a > 1,633$, двойникование вызывает деформация растяжением, а в кристаллах с $c/a < 1,633$ — деформация сжатием.

В о.ц.к. металлах образованию двойников способствует увеличение скорости и понижение температуры деформации. Впервые в о.ц.к. металлах двойники в виде очень тонких, кристаллографически закономерно расположенных пластинок, известных как полосы Неймана, были обнаружены при ударном нагружении.

Легирование некоторыми примесями замещения, например введение кремния в железо, облегчает двойникование (вероятно, вследствие снижения энергии $\gamma_{д.у.}$). В кремнистом железе (Fe + 3% Si) полосы Неймана возникают при сравнительно небольших степенях деформации (~10%). Введение примесей внедрения влияет в противоположном направлении.

При деформации г.ц.к. кристаллов (медь, золото, серебро и другие металлы и их сплавы) двойники образуются, если деформация ведется при весьма низких температурах. Напряжения сдвига при двойниковании этих металлов очень высоки (15 кгс/мм² для меди, 30 кгс/мм² для никеля) и много больше, чем у о.ц.к. металлов. Легирование г.ц.к. металлов примесями замещения заметно облегчает двойникование, причем тем эффективнее, чем сильнее примесь уменьшает энергию $\gamma_{д.у.}$.

Двойники отжига встречаются в г.ц.к. металлах и сплавах с низкой энергией $\gamma_{д.у.}$ (медь, никель, серебро, золото и их сплавы) очень часто.

Для приведенных выше трех основных типов решеток установлено, что для двойникования, как и для скольжения, ха-

Таблица 2.2. Кристаллографические характеристики двойникования

Тип решетки	Металл	Плоскость двойникования	Направление двойникования
г.ц.к.	Cu, Ni, Ag, Au, α-латунь	{111}	<112>
о.ц.к.	Fe, Mo, W, Nb, Ta, Cr, β-латунь	{112}	<111>
г.к.	Mg, Be, Zn, Cd Zr, Mg, Ti	{10 $\bar{1}$ 2}; {10 $\bar{1}$ 1}; {1122}	<10 $\bar{1}$ 1>; <10 $\bar{1}$ 2>; <1123>
Ромбоэдрическая	Bi	{110}	<011>

актерны свои предпочтительные плоскости и направления двойникования (табл. 2.2).

Двойниковые границы, возникшие на начальных стадиях деформации, при дальнейшей деформации служат барьерами для дислокации и способствуют возникновению вблизи них значительных локальных искажений. В результате области вокруг двойниковых полос при нагреве часто оказываются местами преимущественного образования зародышей рекристаллизации, однако много реже, чем границы зерен.

2.3. Неоднородность деформации

Пластическая деформация неоднородна по своей природе. Эта неоднородность связана с разными масштабами локализации деформации: по образцу, зерну, системам скольжения или двойникования, обусловленными неоднородностями сопротивления деформации и наличием концентраторов напряжений.

Локализация деформации

К особому случаю скольжения следует отнести локализованную деформацию, в результате которой в кристалле образуются области, повернутые относительно остального кристалла на большие углы, не отвечающие законам двойникования (вообще законам симметрии). Величина этих углов зависит от степени и схемы деформации, от исходной ориентировки кристалла относительно деформирующих сил, типа решетки и др.

Локализованная деформация с незакономерным поворотом решетки играет, по-видимому, важную роль в процессе фор-

мирования текстур деформации, возможно, и текстур рекристаллизации, а также в процессе формирования центров рекристаллизации вообще.

В настоящее время локализацию деформации начали изучать более углубленно в связи с тем, что она разнообразно проявляется при интенсивной пластической деформации, ведущей к формированию нано- и субмикроструктурной структуры. В материалах с низкой энергией дефектов упаковки наноразмерные зерна преимущественно появляются в полосах сдвига.

Визуально неоднородность деформации проявляется в таких особенностях структуры, как полосы деформации, полосы сброса, переходные полосы, микрополосы, полосы сдвига, полосы вторичного скольжения и так называемые следы (метки) деформации.

Полосы деформации. Согласно Баррету [15, 16], термин «полоса деформации» используется для описания объема зерна с постоянной ориентировкой, которая значительно отличается от других ориентировок в зерне. Природа полос деформации усиленно изучается в последнее время из-за их связи с образованием деформационных текстур.

Сначала полосы деформации были обнаружены в α -железе, сплавах Fe-Si, α -латуни, хромистой бронзе и других металлах. Барретт считал, что они возникают во всех металлах с решеткой г.ц.к. [16].

В результате сжатия на поверхности кристаллов появляются полосы с неправильными, извилистыми границами, не похожие на следы скольжения и травящиеся иначе, чем окружающий материал (рис. 2.14). С увеличением степени деформации иная травимость этих полос становится более отчетливой [17]. Рентгенографический анализ показал, что решетка внутри полосы повернута относительно остальной части кристалла на градусы и десятки градусов, что и служит, по-видимому, причиной различной травимости.

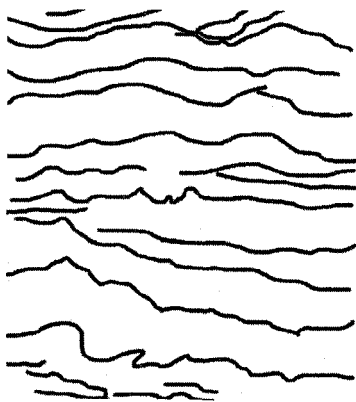


Рис. 2.14. Полосы деформации в α -железе ($\times 200$)

Тенденция к появлению полос деформации зависит от ориентировки кристалла по отношению к направлению деформации. В тех кристаллах железа, в которых параллельно оси сжатия располагалась ось [100] или [111], полосы деформации не возникали.

Важным для понимания некоторых особенностей текстуробразования в кремнистом железе является тот факт, что характер и расположение полос деформации зависят от состояния материала — например, от того, были ли кристаллы перед прокаткой отожжены или закалены [18], т. е. прошел ли перед прокаткой распад твердого раствора или примеси были переведены в твердый раствор. В закаленных кристаллах [18] разориентировки в пределах полос деформации в несколько раз больше, чем в отожженных (10...20° вместо 5°). Видимо, легирование твердого раствора, влияя на энергию дефектов упаковки $\gamma_{\text{д.у.}}$, меняет число действующих систем скольжения.

С позиций теории дислокаций образование переориентированных областей является результатом взаимодействия дислокационных групп. В.Л. Инденбом [19] рассматривает образование полос деформации как результат взаимодействия разноименных краевых дислокаций в параллельных плоскостях скольжения. Если внешнее напряжение не превышает $\tau_{\text{кр}}$, то две разноименные дислокации, движущиеся навстречу одна другой в параллельных плоскостях скольжения, остановятся на определенном расстоянии в соответствии со схемой на рис. 2.15. Они будут затем удерживать дислокации, движущиеся за ними. Образовавшиеся скопления будут препятствовать скольжению дислокации в смежных плоскостях и способствовать возникновению новых скоплений. В результате постепенно образуется полоса деформации, по одну сторону которой располагаются положительные, а по другую — отрицательные дислокации.

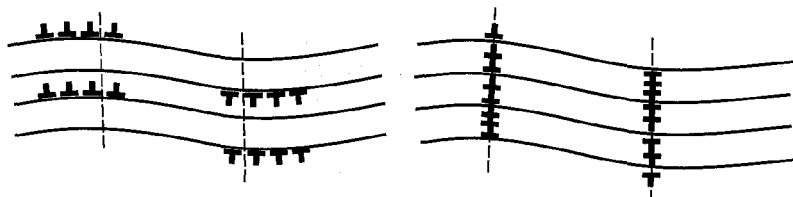


Рис. 2.15. Дислокационные схемы образования полос деформации

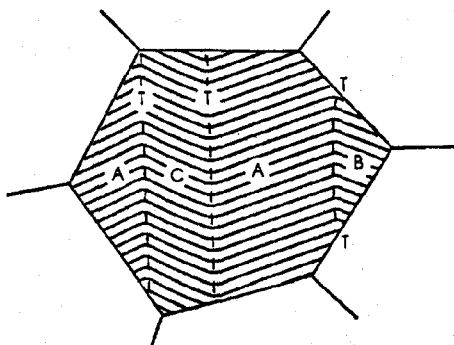


Рис. 2.16. Схематическое изображение полос деформации, переходных полос и полос сброса

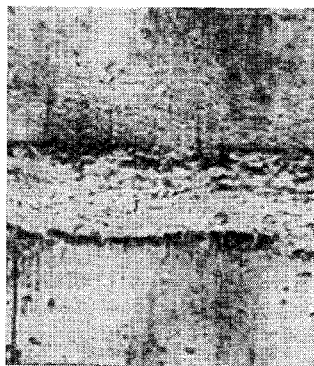


Рис. 2.17. Переходная полоса в хромистой бронзе

Переходные полосы. На рис. 2.16 показана область полос деформации с ориентировкой *B*, отличающейся от ориентировки *A* полос деформации в соседней области зерна. Область *T* на краю пересечения двух групп полос деформации, где ориентировка изменяется от *B* к *A*, является переходной полосой [3]. Таким образом, переходная полоса — это граница пересечения двух различно ориентированных групп полос деформации. Она не является границей зерна и имеет небольшую толщину (рис. 2.17) [17].

Х. Ху [20] обнаружил, что монокристаллы кремнистого железа с ориентировкой (001) [100] при прокатке как бы разбиваются на две группы полос деформации, повернутых друг относительно друга на $30...40^\circ$. Соседние полосы деформации разделяются узкими, шириной в несколько микронов, переходными полосами, каждая из которых состоит в ширину из $12...15$ ячеек (по автору — субзерен). Большая разориентировка соседних полос деформации реализуется за счет переходных полос, в которых соседние ячейки повернуты друг относительно друга на $3...4^\circ$. При прокатке монокристаллов (001) [110] полос деформации не возникало.

При последующем нагреве в кристаллах (001) [100] легко совершалась рекристаллизация, центры которой зарождались в переходных полосах. В кристаллах (001) [110] шла только собирательная полигонизация, которую обычно называют рекристаллизация «in situ», что не совсем верно. Эти результаты были подтверждены и развиты в работах [12, 17, 21].

Ориентировки и характер расположения полос деформации, переходных полос и двойников деформации (полос Неймана), образующихся при прокатке монокристаллов Fe—Si с исходной ориентировкой $\{110\} \langle 001 \rangle$, подробно исследованы в [17]. Текстура деформации кристаллов состоит из двух сильных симметричных компонентов типа $\{111\} \langle 112 \rangle$. Связано это с тем, что при деформации происходит вращение соседних областей кристалла в противоположных направлениях вокруг $[1\bar{1}0]$. Такое вращение происходит в разных слоях кристалла, параллельных плоскости прокатки. В результате возникает полосчатая структура, образованная полосами деформации, отделенными друг от друга тонкими переходными полосами.

Ориентировки соседних полос деформации, разделенных переходной полосой, были проверены последовательным травлением слоев и съемкой полюсных фигур рентгеновским методом. Оказалось, что при переходе от одной полосы к другой главная составляющая текстуры меняется скачком от $(11\bar{1}) [112]$ к $(111) [11\bar{2}]$. Это подтверждается и расположением фигур травления на микрошлифе с боковой поверхности образца (рис. 2.18) [21]. Полосы деформации чередуются не только по толщине, но и по ширине и длине образца. Максимальные разориентировки в пределах полос деформации, судя по фигурам травления, невелики и различаются не более чем на $\pm 5^\circ$.

Кристаллографическая связь между соседними полосами деформации осуществляется через узкую переходную полосу шириной 3...4 мкм (см. рис. 2.17, 2.18) [17, 21].

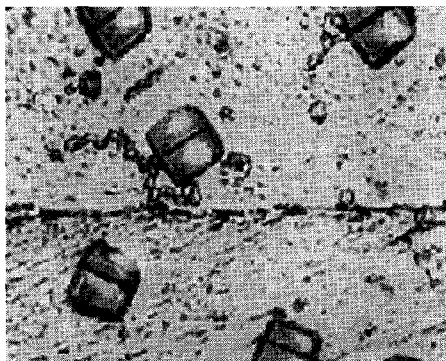


Рис. 2.18. Переходная полоса в сплаве Fe — 3,5 % Si. Фигуры травления показывают изменение ориентировок в соседних полосах деформации

Изменение ориентировки в переходной полосе можно представить как вращение вокруг оси $[1\bar{1}0]$, лежащей в плоскости прокатки [21]. В результате в переходной полосе возникает набор дискретных ориентировок от $(110)[001]$, отвечающей исходной ориентировке кристалла и приходящейся, по-видимому, на среднюю часть переходной полосы, до ориентировки $\{111\}[112]$, отвечающей ориентировке соседней полосы деформации. «Шаг» разориентировок, равный углу разориентировки между соседними ячейками (субзернами) в переходной полосе, равен примерно $3...4^\circ$. Число ячеек (субзерен) в ней равно $10...20$. Таким образом, в переходной полосе путем десяти-двадцати последовательных дискретных разворотов от субзерна к субзерну обеспечивается переход от ориентировки одной полосы деформации к другой.

Согласно С.С. Горелику, в переходных полосах деформированных ферритных сталей ячейки (субзерна) разориентированы друг относительно друга закономерно с постепенным увеличением разориентировки от данного субзерна ко все более удаленным. В процессе роста разориентировка растущего субзерна относительно окружающих субзерен непрерывно возрастает, и в конечном итоге субграница превращается в высокоугловую границу, а субзерно — в зародыш рекристаллизации. Так возникают зародыши текстуры Госсса (ребровая текстура) при нагреве холоднодеформированной трансформаторной стали.

Таким образом, переходная полоса появляется, когда соседние объемы зерна деформируются по различным системам скольжения и поворачиваются к различным конечным ориентировкам. В наиболее простой форме переходная полоса состоит из кластера длинных узких субзерен с суммарной разориентировкой от одной стороны кластера к другой. При уменьшении ширины переходной полосы до одной-двух ячеек (субзерен) большая разориентировка поперек полосы сохраняется [2].

Полосы сброса. Во многих случаях полосы деформации с приблизительно параллельными сторонами претерпевают двойное изменение ориентировки от A к C и от C к A (см. рис. 2.16).

Впервые деформация такого вида была обнаружена в 1935 г. при сжатии минералов, позднее — каменной соли, а область с ориентировкой C получила тогда наименование «полоса Бриллиантова—Обреимова» [22]. В 1942 г. Орован наблюдал образо-

вание коленчатого изгиба при сжатии стержня кадмия в направлении, почти параллельном плоскости скольжения [23]. Область в «колене» была сходна с областью поворота в минералах и получила в литературе название — «полоса сброса» (kink-band).

Позднее полосы сброса наблюдали при сжатии цинка, а также при растяжении монокристаллов многих металлов: алюминия, цинка, висмута, магния [2].

Полосы сброса в г.ц.к. кристаллах образуются перпендикулярно плоскостям и направлению скольжения (рис. 2.19, 2.20). Решетка в них повернута относительно решетки остального кристалла вокруг оси, лежащей в плоскости скольжения и перпендикулярной направлению скольжения. Эти полосы содержат локальные области искривленной решетки (см. рис. 2.19), состоящие из двух зон противоположно направленной кривизны. При больших степенях деформации полосы сброса становятся барьерами для движения дислокации [6]. Участки большой кривизны являются местами, в которых формирование центров рекристаллизации идет с наибольшей скоростью.

Микрополосы. Независимо от того, идет деформация скольжением или двойникованием, картина микроструктуры усложняется появлением неоднородностей, меньших по размеру, чем

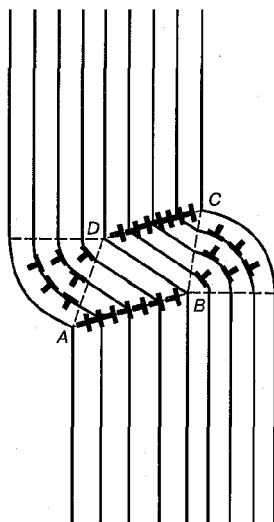
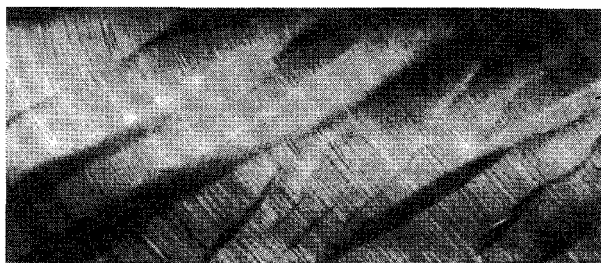


Рис. 2.19. Схема полосы сброса



Полосы сброса

Скольжение

Рис. 2.20. Полосы сброса в кристалле алюминия, деформированном на 17,5 % растяжением ($\times 100$)

полосы деформации. К ним относятся микрополосы, полосы сдвига и так называемые следы (метки) деформации (strain markings).

В таких г.ц.к. металлах, как алюминий, медь, никель, где деформация первоначально развивается скольжением, при умеренных деформациях образуются микрополосы — длинные тонкие ориентированные области толщиной 0,1...0,3 мкм и ограниченные размером зерна (рис. 2.21, а) [3, 24]. Стенки микрополос состоят из дислокационных построений, подобных стенкам равноосных ячеек, но в отличие от них содержание дислокаций внутри микрополос относительно велико. Ориентировка микрополос слабо отличается от ориентировки соседних ячеек и относительно постоянна вдоль полосы. Микрополосы были впервые выявлены в 1963 г. [25] в меди, прокатанной со степенью деформации 0,2. На фоне ячеистой равноосной структуры появились длинные узкие области пластинчатого типа толщиной 0,1...1,0 мкм и относительно свободные

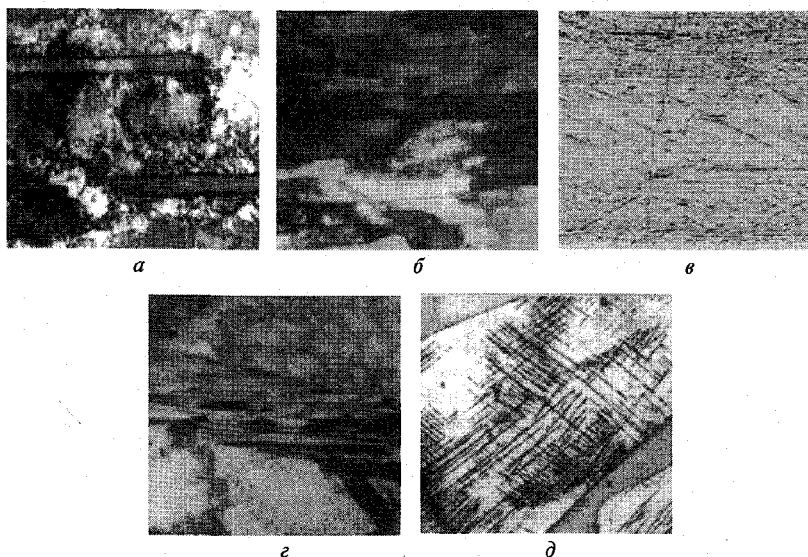


Рис. 2.21. Особенности проявления локализации деформации в микроструктуре:
а — микрополосы в холоднокатаной на 18 % меди; б — микрополосы в холоднокатаной на 98 % меди; в — полосы сдвига холоднокатаной на 83 % меди; г — деформационные двойники в холоднокатаной на 30 % латуни (70 % Cu—30 % Zn); д — следы (метки) деформации в латуни (70 % Cu—30 % Zn) после сжатия на 14 %

от дислокаций. Многие исследователи наблюдали появление микрополос сначала на плоскостях скольжения $\{111\}$ [26]. При больших деформациях ($\epsilon > 1,5$) микрополосы группируются (рис. 2.21, б). Границы микрополос, состоящие из дислокационных построений, становятся более узкими. Такие кластеры микрополос могут представлять собой переходную полосу, различные ориентировки поперек которой доходит до 60° .

Наиболее приемлемая модель формирования микрополос предполагает, что развитие их происходит тогда, когда ячеистая структура становится более нестабильной к продолжающейся деформации [27]. Это означает, что формирование микрополос ассоциируется с низкой скоростью упрочнения и, следовательно, с динамическим возвратом. То есть микрополосы — есть следствие нестабильности течения из-за поперечного скольжения смешанных дислокаций в серии параллельных плоскостей.

Полосы сдвига. При больших степенях деформации ($\epsilon > 1$) появляется еще одна структурная неоднородность — полоса сдвига. Полосы сдвига имеют морфологию определенно связанную с геометрией деформации и наблюдаются в оптическом микроскопе (рис. 2.21, в). Полосы сдвига были описаны детально еще в 1922 г. [28], но потом забыты до 70-х годов. Эти полосы соответствуют узким областям интенсивного сдвига, который происходит независимо от зеренной и кристаллической структуры материала. Сдвиг, ассоциируемый с индивидуальной полосой, обычно составляет значение $\gamma = 3...4$, но иногда наблюдали и $\gamma = 10$ при общей деформации образца $\epsilon \geq 1$ [29]. Толщина полос сдвига — $0,1...1$ мкм. В прокатанных материалах полосы сдвига появляются под углом 35° к плоскости прокатки в направлении, перпендикулярном направлению прокатки.

В металлах с высокой энергией дефектов упаковки, которые деформируются скольжением, полосы деформации формируются колониями, в каждой из которых развивается только одно направление параллельных полос сдвига. (рис. 2.21, в). В объеме зерна такие колонии распространяются «елочкой» и имеют размер нескольких зерен. Любая граница зерна колонией пересекается без отклонения полосы сдвига.

Морфология полос сдвига в материалах с низкой энергией дефектов упаковки несколько другая [26, 29]. В прокатанной

латуни (70 % Cu–30 % Zn) изолированные полосы сдвига сначала проявляются в областях образования двойников в плоскости прокатки, а затем при $\epsilon \sim 1$ уже два семейства полос сдвига можно увидеть во многих областях. Полосы образуются приблизительно под углом $\pm 35^\circ$ к плоскости прокатки и делят лист на ромбоидальные призмы с длинной осью, параллельной направлению, перпендикулярному направлению прокатки. Внутри призмы располагаются построения двойников. Как показано на рис. 2.22, сами полосы сдвига состоят из построений очень маленьких «кристаллитов» (объемов практически совершенной решетки), которые обычно вытянуты в направлении сдвига в отношении (2:1) – (3:1) [3]. Типичные полосы сдвига в латуни (70 % Cu–30 % Zn) имеют размер 0,1...1 мкм, а индивидуальные «кристаллиты» – 0,02...0,1 мкм.

Для материалов как с низкой, так и с высокой энергией дефекта упаковки продолжающаяся деформация с большими степенями приводит к образованию полос сдвига, пересекающих лист от поверхности до поверхности. Обычно разрушение происходит вдоль таких полос.

Следы (метки) деформации (Strain markings). В материалах с низкой энергией дефектов упаковки (серебро, аустенитные коррозионностойкие стали, многие медные сплавы и др.) дислокационная ячеистая структура не образуется, и дислокации диссоциируют, образуя построения дефектов упаковки на плоскостях двойникования.

При сравнительно малой деформации тонкие полосы очень мелких деформационных двойников развиваются по плоскостям {111} (рис. 2.21, г) [30]. Эти полосы легко выявляются на полированной поверхности после травления и являются типичными следами (метками) деформации (рис. 2.21, д). При больших деформациях $\epsilon > 1$ развиваются полосы сдвига.

Полосы вторичного скольжения. Помимо перечисленных,



Рис. 2.22. Полоса сдвига в монокристалле меди, продеформированного на 65 % при 77 К

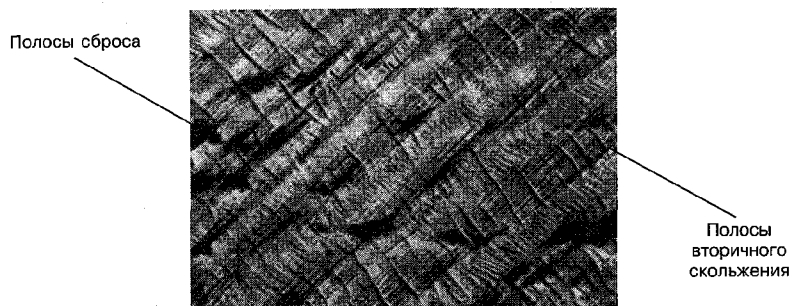


Рис. 2.23. Полосы вторичного скольжения и полосы сброса в деформированном кристалле алюминия ($\times 66$)

встречаются и другие проявления неоднородной деформации, такие, как полосы вторичного скольжения (полосы со вторичными сдвигами) (рис. 2.23) [6]. Они возникают в кристаллах с несколькими системами скольжения. Поворот решетки осуществляется в данном случае за счет того, что в полосах происходит скольжение по системе плоскостей, отличной от той, по которой идет скольжение в остальных частях кристалла.

Деформация, связанная с незакономерным поворотом решетки, впервые обнаруженная на монокристаллах, очень существенна при пластической деформации поликристаллических тел. В этом случае вследствие взаимодействия кристаллитов между собой вероятность неоднородного характера деформации и наличия изгибающих моментов в отдельных кристаллитах особенно велика.

Неоднородности, связанные с влиянием сил трения

Под влиянием сил трения между деформирующим инструментом и деформируемым изделием скорость и другие условия истечения металла по сечению изделия при пластической деформации оказываются неодинаковыми. Результатом являются различия в дислокационной структуре и текстуре по сечению изделия, а также появление напряжений между поверхностными и сердцевинными слоями, уравнивающих в макроразмерах изделия, так называемых *макронапряжений* (их называют еще зональными напряжениями или напряжениями I рода).

На силы трения влияют условия прокатки, в том числе диаметр и температура валков, температура металла, скорость деформации, наличие окалины, смазка и др.

В поверхностных слоях холоднокатаных г.ц.к. металлов образуется текстура $\{001\} \langle 110 \rangle$, которой нет в сердцевинных слоях. Глубина проникновения этой ориентировки увеличивается с возрастанием коэффициента трения μ , степени обжатия за один проход и с понижением температуры деформации. При очень высоких значениях μ на поверхности возникает слабая компонента текстуры $\{111\} \langle 011 \rangle$.

В листах низкоуглеродистой стали поверхностные слои феррита отличаются от сердцевинных сильным рассеянием ориентировок $\{001\} \langle 110 \rangle$ и $\{112\} \langle 110 \rangle$. И.П. Кудрявцев [31] обнаружил несимметричность распределения текстур по сечению и наличие промежуточного приповерхностного слоя с аксиальной текстурой между поверхностным и сердцевинным слоем.

Наличие трех зон по сечению (сердцевинная, приповерхностная и поверхностная), различающихся по характеру текстуры, установлено также в работе [32] при исследовании холоднокатаных листов трансформаторной стали. На рис. 2.24 показано распределение доли разных компонентов текстуры по сечению полосы при использовании разных технологических смазок. Помимо трех зон видна также несимметричность текстур. Нижняя и верхняя поверхности полос имеют несколько различающуюся текстуру. Как установлено, это различие связано с разной толщиной окалины на нижней и верхней поверхностях сляба, а также с условиями охлаждения поверхностных слоев холодными вальками при предшествовавшей горячей прокатке.

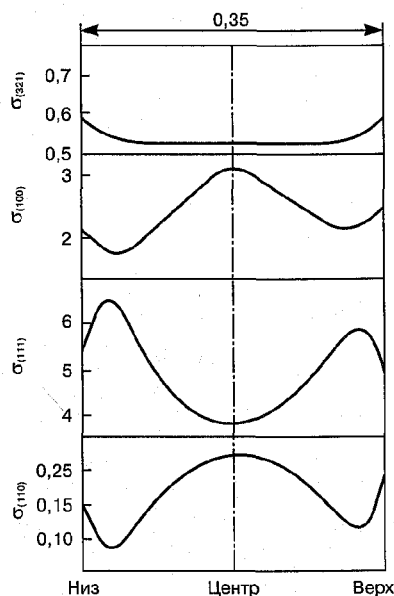


Рис. 2.24. Распределение доли разных компонент текстуры деформации по сечению прокатанной полосы трансформаторной стали

Приповерхностный слой, отличный от поверхностного, образуется в том случае, если используется смазка, повыша-

ющая коэффициент трения (канифоль). При этом непосредственно в поверхностном слое возникают ориентировки, не свойственные текстурам деформации о.ц.к. металлов. Смазка, уменьшающая трение (касторовое масло), способствует усилению на поверхности основных текстурных компонентов. Указанные особенности существенно влияют на последующую рекристаллизацию.

Неоднородность текстуры по сечению наблюдается и при других, кроме прокатки, схемах деформации — при волочении, экструзии и др. Неоднородные условия течения металла могут, помимо текстуры, вызвать, как отмечалось, появление зональных напряжений. Зона, где течение металла при деформации было более интенсивным (при прокатке — поверхностные слои, при экструзии — сердцевинные), испытывает остаточные напряжения сжатия, а зона, где скорость течения металла была меньшей, — остаточные напряжения растяжения.

Напряжения эти могут быть весьма значительными (в стали до 700 МПа); они могут приводить к нежелательным последствиям (изменение формы образца, образование трещин и т.д.), но могут быть и полезными. При некоторых условиях деформации пересыщенных твердых растворов макронапряжения могут влиять на характер распада, ускоряя или замедляя его. Если распад твердого раствора идет с увеличением удельного объема, то напряжения растяжения будут его облегчать, а напряжения сжатия — затруднять. При распаде с уменьшением объема влияние будет обратным. Распад, особенно неоднородный, и последующее растворение дисперсных фаз играют важнейшую роль в процессах рекристаллизации.

Вследствие экспериментальных трудностей термическая устойчивость макронапряжений изучена недостаточно. Основной неразрушающий метод определения величины этих напряжений — рентгеновский. Под влиянием зональных напряжений происходит однородное изменение межплоскостных расстояний у всех плоскостей, одинаково ориентированных к действующим силам. Это вызывает смещение линий на рентгенограмме. Направление смещения зависит от знака напряжений. Величина смещения невелика. Ее точному измерению препятствует размытие линий из-за структурных изменений, обычно сопутствующих макронапряжениям.

2.4. Образование ультрамелкозернистой структуры при больших степенях деформации

Метод интенсивной пластической деформации (ИПД), заключающийся в деформировании с большими степенями деформации при относительно низких температурах (ниже $(0,3...0,4)T_{пл}$) в условиях высоких приложенных давлений, обеспечивает получение объемных беспористых нано- и субмикрокристаллических металлов и сплавов [33, 34]. *Нанокристаллическими* структурами принято называть структуры, имеющие размер структурных элементов менее 100 нм, имеющих высокоугловые разориентировки границ, *субмикрокристаллическими* — с размером зерен $100 \text{ нм} \leq D \leq 1 \text{ мкм}$ [34].

Обычные методы деформации — прокатка, волочение, прессование и другие в конечном счете приводят к уменьшению поперечного сечения заготовки и не позволяют достигать больших степеней измельчения зерна. Нетрадиционными методами (см. выше), удается деформировать заготовку при постоянстве начального и конечного поперечного сечения, достигая необходимых высоких степеней деформации и измельчения зерна. К настоящему времени нано- и субмикрокристаллические структуры в ходе ИПД получены на алюминии, железе, магнии, вольфраме, никеле, титане и их сплавах. Такие структуры приводят к изменению физических и механических свойств (значительное повышение прочности при хорошей пластичности, повышение износостойкости, проявление высокоскоростной и низкотемпературной сверхпластичности) [33, 34].

Схемы интенсивной пластической деформации

Достижению больших степеней деформации без разрушения образца способствуют следующие условия:

- неизменность начального и конечного поперечного сечения образца;
- приближение деформации к простому сдвигу;
- знакопеременность деформации;
- высокие давления.

Используемые схемы ИПД можно разделить на две группы. К первой относятся не использующие большие гидростатичес-

кие давления. Это мультиосевая деформация [37], знакопеременный изгиб [38–40] и аккумулируемая прокатка соединением [41]. Ко второй — использующие высокие гидростатические давления: кручение под гидростатическим давлением [35], винтовое прессование [42] и равноканальное угловое прессование [36].

Схемы ИПД из первой группы обычно используются в условиях теплой деформации и способствуют, в основном, получению субмикrokристаллической структуры ($100 \text{ нм} < D < 1 \text{ мкм}$). При реализации схем ИПД второй группы возможно формирование нанокристаллической структуры ($D < 100 \text{ нм}$).

Мультиосевая деформация. Схема всестороннейковки основана на использовании многократного повторения операций свободнойковки: осадка—протяжка со сменой оси прилагаемого деформирующего усилия. Данный способ позволяет получать наноструктурное состояние в достаточно хрупких материалах, поскольку обработку начинают с повышенных температур и обеспечивают небольшие удельные нагрузки на инструмент.

Метод ИПД всестороннейковки был использован для измельчения структуры в ряде сплавов, в том числе в чистом Ti, в Ti-сплавах ВТ8, ВТ30, Ti–6 % Al–32 % Mo, в Mg-сплаве Mg–6 % Zr, в высокопрочных высоколегированных Ni-сплавах и др. [37, 43].

Обычно этот способ ИПД реализуется при температурах пластической деформации в интервале $(0,3...0,6) T_{\text{пл}}$.

Знакопеременный изгиб. Профессор Н.И. Крылов предложил ряд схем деформации, основанных на одно- и двухплоскостном изгибе [44], и сконструировал роликовые и роторные машины. Роликовые одноплоскостные машины использовались для обработки листов и труб малого диаметра из нержавеющей аустенитных и простых углеродистых сталей, роликовые двухплоскостные — для обработки труб из низкоуглеродистых сталей знакопеременным изгибом в двух взаимно перпендикулярных плоскостях. Для одноплоскостного изгиба листа были использованы также станы планетарной прокатки со смещенными валками, что позволяло деформировать лист без изменения толщины.

Описанные схемы знакопеременного изгиба успешно использовались в условиях горячей деформации для получения

ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры. В сочетании с быстрым охлаждением в воде с температуры деформации УМЗ структура позволяет получать высокий комплекс механических свойств. Например, знакопеременный изгиб труб из стали Ст. 20 с внешним диаметром 35 мм и толщиной стенки 5 мм при температуре конца деформации 920 °С с последующей закалкой обусловил повышение предела текучести до 960 МПа при удлинении 10 %.

Существуют разновидности знакопеременного изгиба, например принудительное изгибное прессование [39]. Последовательное прессование на рифленых и плоских штампах приводит к эквивалентной степени деформации по площади образца. Повторение принудительного изгибного прессования может аккумулировать большие степени деформации без изменения начальных размеров образца, и в результате может быть получена ультрамелкозернистая структура. Концепция принудительного изгибного прессования может быть использована при прокатке полосы, которая осуществляется последовательно на рифленых и гладких валках (рис. 2.25) [40].

Аккумулируемая прокатка соединением (АПС). Она может быть использована в непрерывном процессе производства объемных наноматериалов с использованием возможностей обычного прокатного оборудования [41].

Суммарная аккумулируемая деформация ограничена в обычной прокатке из-за уменьшения толщины прокатываемой заготовки. При аккумулируемой прокатке уже прокатанные за-

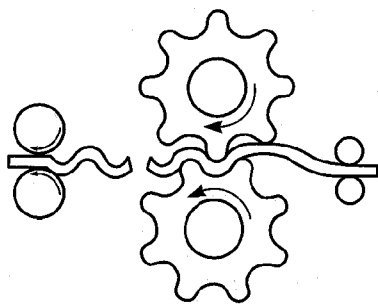


Рис. 2.25. Схема знакопеременного изгиба при последовательной прокатке полосы на гладких и рифленых валках

готовки режутся, складываются одна на другую до восстановления исходной толщины и прокатываются снова. Для получения в конечном итоге единого твердого тела АПС должна быть не только деформационным процессом, но и процессом соединения материалов за счет вынужденной диффузии в тонких приповерхностных слоях. Для лучшего соединения поверхность листовых материалов тщательно очища-

ется. АПС иногда проводится при повышенных температурах деформации, но ниже температуры рекристаллизации, для лучшего соединения заготовок и уменьшения усилий прокатки. Процесс АПС успешно опробован на алюминиевых сплавах и низкоуглеродистых сталях, где был получен средний размер зерна 80...300 нм [41].

Кручение под гидростатическим давлением (КГД). Его обычно проводят на наковальне Бриджмена [35] или на подобных установках [33, 34], отличающихся от наковальни Бриджмена деформацией одного, а не двух образцов одновременно и наличием углубления в нижней штанге для предотвращения вытекания металла (т. е. для обеспечения квазигидростатичности давления, позволяющей образцам долго деформироваться без разрушения). Образец помещается между штангами и при вращении нижней штанги деформируется сдвигом за счет сил поверхностного трения.

КГД обычно используют для моделирования предельного структурного состояния материала, так как в силу больших прикладываемых давлений и высоких степеней деформации сдвига, достигаемых даже при комнатной температуре, при КГД формируется наиболее дисперсная структура. Используются давления от 1,5 ГПа для образцов диаметров 20 мм до 10 ГПа для образцов диаметром 3...5 мм. Обычно прикладываются давления 4...6 ГПа.

Винтовое прессование (ВП). Этот метод базируется на прямой экструзии призматических заготовок через матрицу с винтовым каналом и по этой причине назван «винтовым прессованием» [42]. Угол γ наклона винтовой линии к направлению оси экструзии изменяется по высоте матрицы, причем на ее начальном и конечном участках он равен нулю (рис. 2.26). Указанные особенности геометрии канала приводят к тому, что при выдавливании через него форма заготовки не изменяется, что позволяет осуществлять ее многократное прессование с целью накопления деформации.

Равноканальное угловое прессование (РКУП). Для достижения больших степеней деформации представляется перспективным использовать простой сдвиг, который дает возможность повторения циклической деформации. РКУП был предложен профессором В.М. Сегалом [36]. Сущность процесса заключается в многократном пропуске образца через два канала равно-

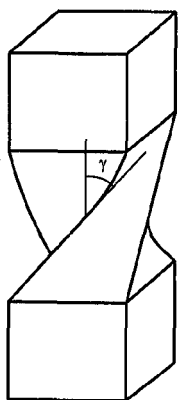


Рис. 2.26. Схема винтового канала

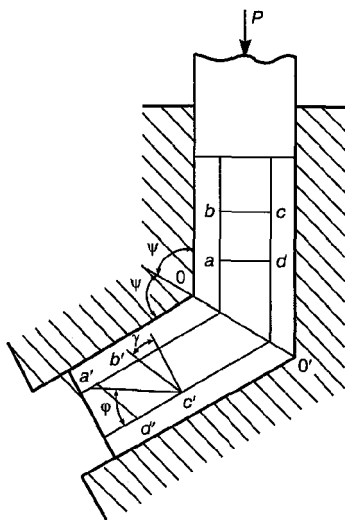


Рис. 2.27. Схема равноканального углового прессования

го поперечного сечения, пересекающихся под углом, что позволяет достигать сверхвысоких степеней деформации без изменения поперечного сечения образца за счет повторяющихся циклов деформаций (рис. 2.27).

Для оценки значений возможных степеней деформации, достигаемых при РКУП, можно привести пример сравнения интенсивности деформации сдвига, сделанный проф. В.М. Сегалом для РКУП и волочения. Восемь проходов при РКУП с углом пересечения каналов 90° дает интенсивность сдвига такую же, как волочение с вытяжкой в 10 000 раз [36].

Основными параметрами РКУП являются:

- 1) температура деформации;
- 2) степень деформации;
- 3) угол пересечения каналов;
- 4) маршрут прессования.

Температура деформации должна быть низкой, по крайней мере, ниже, чем температура обычной рекристаллизации. Чем ниже температура деформации, тем меньше размер образующегося в результате ИПД зерна, но более неравновесные границы зерен. Показано, что для формирования новой

зеренной структуры обычно требуется 4...8 проходов при угле пересечения каналов 90° в зависимости от температуры и материала.

С увеличением угла пересечения каналов 2Ψ степень достигаемой деформации уменьшается [45]. Это значит, что, например, один проход при угле пересечения каналов 90° дает степень деформации, близкую к 1,0. С другой стороны, это значит также, что такая же степень деформации может быть достигнута при двух проходах с углом пересечения каналов $2\Psi = 135^\circ$. Ультрамелкозернистая структура обычно достигается при значительной степени деформации, что соответствует углу пересечения каналов 90° .

Структурообразование сильно зависит от маршрута РКУП (рис. 2.28) [33, 34, 46]. Основными маршрутами РКУП являются: маршрут *A* — без вращения образца вокруг своей оси, маршрут *B* — с вращением на 90° при повторном прессовании и маршрут *C* — с вращением на 180° . Маршрут *B* обычно подразделяют на два: B_A — с знакопеременным вращением на $\pm 90^\circ$ и B_C с вращением в одну сторону на $+90^\circ$.

Развитие структуры можно проследить на примере РКУП чистого Al, продеформированного до 4-х проходов при комнатной температуре с углом пересечения 90° (рис. 2.29) [46]. Один проход приводит к формированию ориентированных субграниц с малоугловой разориентацией. Последующее развитие структуры зависит от выбранного маршрута РКУП. Субзерна превращаются в зерна с высокоугловыми границами наиболее быстро при использовании маршрута B_C , менее быстро при использовании маршрута *C*, и это преобразо-

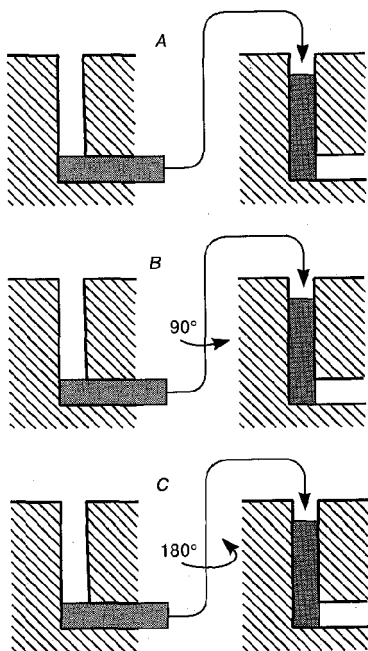


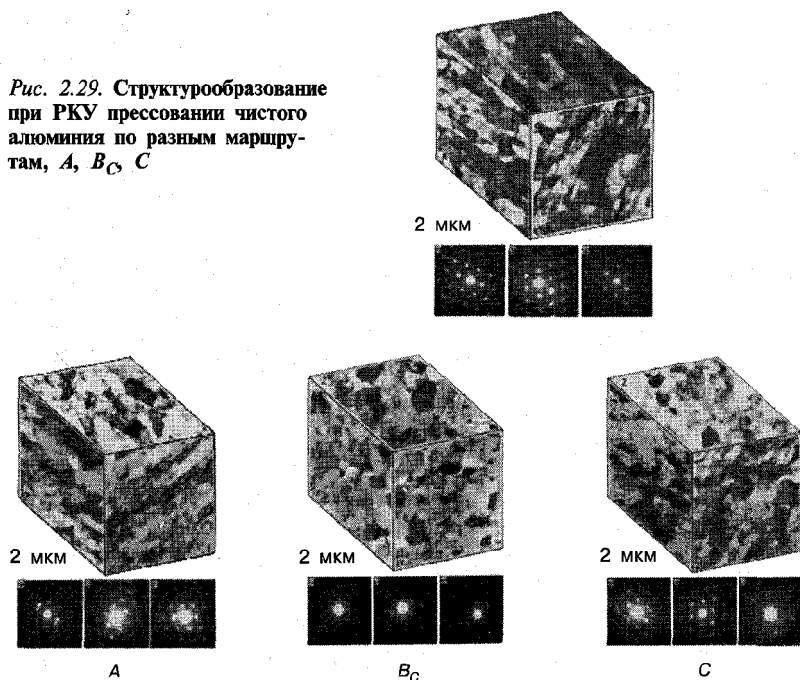
Рис. 2.28. Основные маршруты (*A*, *B*, *C*) РКУП

вание наиболее медленно происходит при маршруте *A*. После маршрута *A* вытянутые субзерна сохраняются даже после 4-го прохода. Электронограмма свидетельствует о размытии рефлексов, что означает присутствие малоугловой разориентировки границ. После маршрута B_C можно наблюдать равноосную структуру, о высокоугловой разориентировке границ которой свидетельствует кольцевая электронограмма из отдельных рефлексов. Дифракционная картина после маршрута *C* с вращением образца на 180° вокруг своей оси между проходами подобна полученной после маршрута *A* без вращения образца вообще.

Таким образом, можно утверждать, что маршрут B_C является наиболее благоприятным для развития равноосной УМЗ структуры с высокоугловыми границами при РКУП.

Условия макрооднородности при РКУП должны быть обеспечены специальными статическими граничными условиями (рис. 2.30) [36]. Деформация должна быть сконцентрирована в плоскости пересечения каналов. В этом случае действитель-

Рис. 2.29. Структурообразование при РКУ прессовании чистого алюминия по разным маршрутам, *A*, B_C , *C*



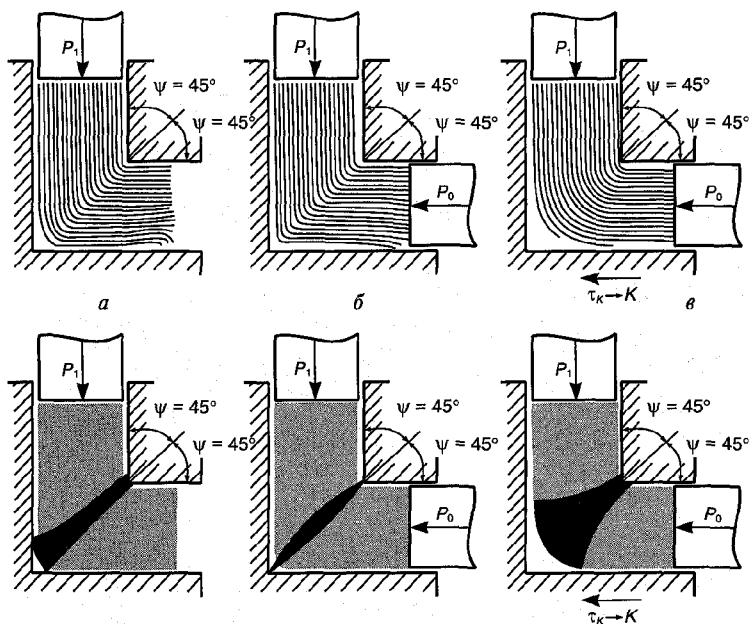


Рис. 2.30. Экспериментальные картины очага деформации при РКУ прессовании в зависимости от сил трения и противодействия:

а - $P_0 = 0$; $\tau_k \rightarrow 0$; б - $P_0 = 1,6 K$; $\tau_k \rightarrow 0$; в - $P_0 = 1,6 K$; $\tau_k \rightarrow K$

но имеет место деформация сдвигом, в противоположном случае — деформация изгибом. Эти условия связаны с трением на поверхности образец—оснастка и специальным противодавлением. В этом случае однородная локализованная деформация простым сдвигом концентрируется на линии пересечения каналов. В случае, когда специальные граничные условия не соблюдены, реализуются различные варианты неоднородного пластического течения.

Структурообразование при холодной ИПД

Особенностями получаемых ИПД при пониженных температурах структур являются [47] (рис. 2.31):

- малый размер зерен вплоть до наноуровня;
- очень малая плотность внутризеренных дислокаций;
- преимущественно высокоугловая разориентировка структурных элементов;
- высокоэнергетические неравновесные границы зерен.

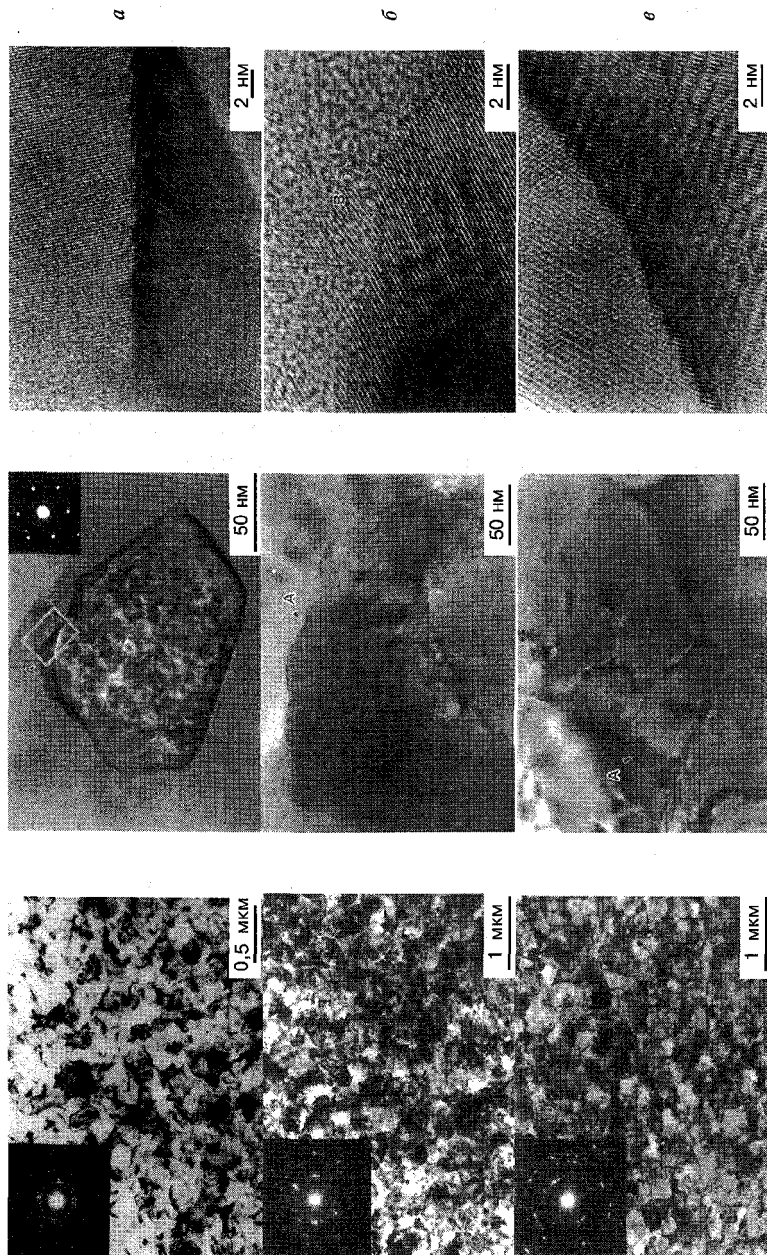


Рис. 2.31. Структурные особенности Al-3 % Mg сплава (а), Cu (б) и Ni (в) после интенсивной пластической деформации

Для получения равновесных границ следует использовать термическую обработку после ИПД либо теплую деформацию с большими степенями. В связи с этим целесообразно выбирать простые составы с микролегированием элементами, инициирующими выделение второй фазы.

Рассмотрим некоторые факторы, определяющие параметры структуры.

Температура деформации. В ходе динамической рекристаллизации при горячей деформации металлов и сплавов возможно измельчение зеренной структуры. Но размер зерен, имеющих высокоугловые границы, в этом случае не может быть менее 1 микрона. За счет динамической полигонизации в ходе горячей деформации можно получить структурные элементы — субзерна с размером менее 1 мкм, но при этом границы субзерен будут малоугловыми. С понижением температуры деформации размеры как рекристаллизованных зерен, так и субзерен уменьшаются.

Степень горячей деформации, необходимая для начала динамической рекристаллизации, увеличивается при понижении температуры деформации [48]. И для того чтобы наблюдать динамическую рекристаллизацию при теплой деформации необходимо достигать очень высоких степеней деформации [49]. При этом размер зерна может соответствовать субмикрокристаллическому уровню: $100 \text{ нм} < D < 1 \text{ мкм}$ [33, 49].

В соответствии с рис. 2.32 можно было бы предположить появление новых зерен с высокоугловыми границами в ходе холодной деформации с сверхвысокими степенями. Динамическая рекристаллизация — термически активируемый процесс и не может идти при холодной деформации. Тем не менее при кручении под высоким гидростатическим давлением, позволяющим достигать истинную деформацию $\varepsilon = 10$ и выше, были получены зерна размером менее 100 нм со специфичес-

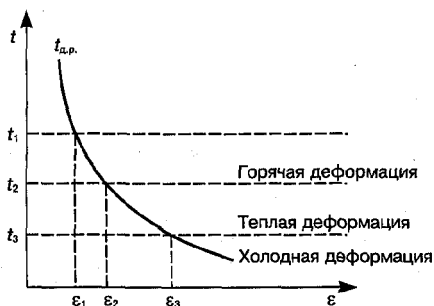


Рис. 2.32. Зависимость степени деформации для начала динамической рекристаллизации от температуры:

$t_{д.р.}$ — температура начала динамической рекристаллизации

кими высокоугловыми границами. Сейчас установлено, что высокие давления в ходе холодной интенсивной деформации инициируют «термически активируемые» диффузионные процессы [50]. Вопрос в другом. Можно ли считать формирование нанокристаллической структуры в ходе холодной ИПД динамической рекристаллизацией? Если подразумевать под динамической рекристаллизацией зарождение и рост зерен, то нет. В ходе деформации происходит только зарождение зерен, а рост происходит при нагреве. Если считать рекристаллизацией смену одних зерен новыми, то можно считать, что это динамическая рекристаллизация.

Степень деформации. В чистых металлах ИПД кручением обычно приводит к формированию равноосной структуры, средний размер зерен в которой составляет около 100 нм, а РКУ прессование обеспечивает размер зерен, равный 200...300 нм [33, 34]. На рис. 2.33 показана типичная микроструктура Си, подвергнутой ИПД кручением [51]. Видно, что интенсивная деформация приводит к формированию в Си однородной ультрамелкозернистой структуры уже при комнатной температуре. Многочисленные рефлексy на электронограмме, расположенные вдоль окружностей, указывают на большеугловые разориентировки соседних зерен. Присутствие преимущественно большеугловых границ в структуре металлов после интенсивной деформации было подтверждено также прямыми измерениями разориентировок индивидуальных границ зерен [52], и это является важной особенностью материалов, подвергнутых ИПД.

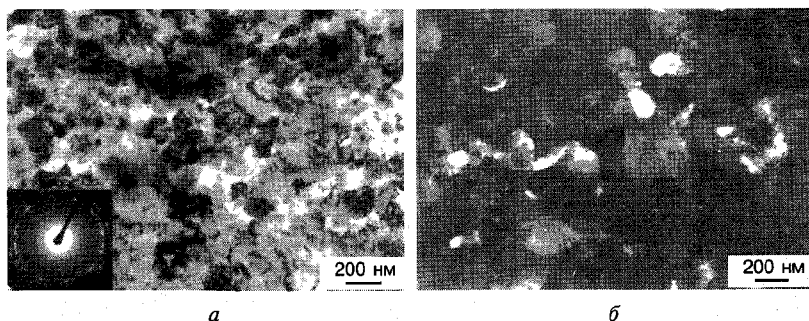


Рис. 2.33. Структура Си, подвергнутой ИПД кручением:

а — светлопольное изображение совместно с дифракционной картиной;
б — темнопольное изображение

На изображениях структуры Cu многие границы зерен видны отчетливо, но они, как правило, не являются прямыми, а искривлены и неровны. Вместе с тем много также границ, изображения которых плохо определены, а дифракционный контраст в зернах неоднороден и часто изменяется сложным путем, указывая на высокий уровень внутренних напряжений и упругие искажения кристаллической решетки. Такой сложный контраст присутствует как в зернах, содержащих решеточные дислокации, так и в бездефектных зернах, свидетельствуя, что источниками внутренних напряжений являются границы зерен [33, 47].

Исследование эволюции структуры в ходе ИПД кручением в армко-Fe и однофазных сталях — ферритной 13X23T и аустенитной AISI 316L — показало стадийный характер [33].

Для первой стадии, соответствующей кручению от $N = 1/4$ до 1 оборота, характерна ячеистая структура со средним размером ячеек 400 нм. Угол разориентации между ячейками составляет $2...3^\circ$. Увеличение степени деформации приводит к образованию клубков и сплетений дислокации, постепенно заполняющих весь объем исходных зерен.

На второй стадии, соответствующей диапазону от 1 до 3 оборотов, наблюдается формирование переходной структуры с признаками как ячеистой, так и наноструктур с большеугловыми разориентировками. При увеличении степени деформации происходит некоторое уменьшение среднего размера ячеек и увеличение разориентации на границах ячеек.

Третья стадия характеризуется формированием однородной наноструктуры со средним размером зерен около 100 нм в армко-Fe и несколько меньшим в сталях. При этом зерна являются сильно упругоискаженными, что особенно отчетливо видно на темнопольных изображениях. Причиной этих упругих искажений, по-видимому, являются дальнедействующие напряжения от неравновесных границ зерен, содержащих внешние зернограницные дислокации высокой плотности.

Уже в первых работах по использованию РКУ прессования для получения ультрамелкозернистых структур [53] было установлено, что сильное измельчение структуры наблюдается даже после 1...2 проходов. Однако получаемые ячеистые структуры имели в основном малоугловые границы. Формирование преимущественно большеугловых границ наблюдали при увеличении числа проходов до 8 и более.

Как показано в работах [53–55], РКУ прессование приводит к формированию в Cu и Ni равноосной ультрамелкозернистой структуры. В Cu средний размер зерен оказался 210 нм (рис. 2.34), а распределение зерен по размерам было подобно логонормальному. Электронно-микроскопические исследования выявили присутствие трех типов зерен. В малых зернах (меньше 100 нм) решеточные дислокации практически отсутствовали, в зернах среднего размера (200...300 нм) наблюдались отдельные хаотически расположенные дислокации, а в больших зернах (400...500 нм) происходило формирование субзерен. Средняя плотность дислокаций внутри зерен составила $5 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Вместе с тем вид структуры после РКУ прессования очень сильно зависит от режимов деформирования. Например, при том же количестве проходов (12) изменение маршрута прохождения заготовок при РКУ прессовании Cu от B_C к C приводит к формированию принципиально другого типа микроструктуры — полосовой структуры, имеющей много малоугловых границ (см. рис. 2.34).

В работе [46] также показано, что равноосная структура с высокоугловыми границами наиболее быстро образуется при РКУ прессовании алюминия по маршруту B_C .

Было показано, что легирование приводит к необходимости увеличения числа проходов при РКУ прессовании для достижения однородной равноосной структуры. По мнению авторов [56], это связано с уменьшением подвижности дислокаций и, соответственно, понижением скоростей возврата в твердых растворах Mg в Al.

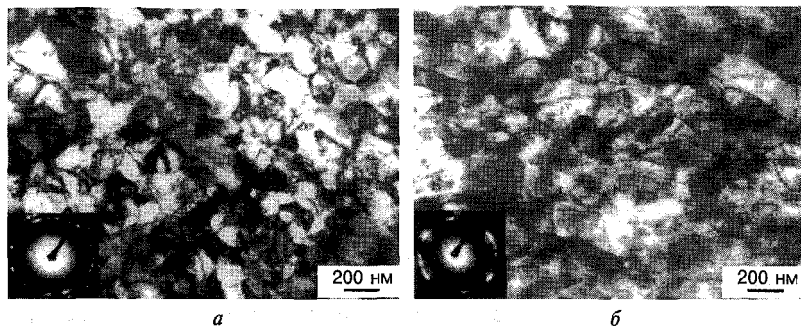


Рис. 2.34. Типичная структура Cu, подвергнутой РКУ прессованию ($N = 12$):
 а — маршрут B_C б — маршрут C

В работе [57] при анализе процессов эволюции микроструктуры и измерений микротвердости при кручении под высоким давлением монокристаллов Cu, Ni и сплава ХН77ТЮР показано, что в материалах с высокой энергией дефектов упаковки (ЭДУ) эволюция структуры идет через развитие ячеистой структуры. Понижение ЭДУ (сплав ХН77ТЮР) вызывает изменение механизма интенсивной деформации, когда измельчение микроструктуры осуществляется путем образования полос сдвига, которые постепенно охватывают весь объем образца.

Скорость деформации. При схемах ИПД повышение скорости деформации представляется нецелесообразным, так как:

- влияние скорости на величину получаемого зерна при холодной деформации относительно невелико;

- при схемах ИПД с гидростатическим давлением (особенно, при РКУ прессовании) увеличение скорости повышает вероятность образования трещин на поверхности образца;

- увеличение скорости при холодной ИПД приводит к значительному разогреву;

- увеличивается износ инструмента.

Давление. Давление является одним из важнейших факторов, влияющих на структуру при интенсивной пластической деформации. Во-первых, деформация до больших степеней возможна при низких температурах только в условиях высоких гидростатических давлений. То есть высокие давления — необходимое условие получения совершенной ультрамелкозернистой структуры при ИПД. Для этого используют противодавление, например в схемах равноканального углового прессования и винтового прессования [36, 42].

Во-вторых, повышение давления способствует измельчению зерна, по-видимому, за счет увеличения диффузионной подвижности при низкотемпературной ИПД [50]. При наличии фазовых превращений в металлах и сплавах приложение давления может инициировать их, что также приводит к дополнительному измельчению в ходе ИПД.

Таким образом, метод ИПД создает возможность получения объемных нано- и субмикрокристаллических металлов и сплавов путем интенсивной пластической деформации при низких температурах. Широкое использование объемных наноматериалов в настоящий момент ограничено следующими причинами: слабо изучен весь комплекс механических и экс-

плуатационных свойств, включая вязкость разрушения, ударную вязкость, циклическую прочность, коррозионную стойкость и др.; относительно небольшие размеры получаемых заготовок; высокая себестоимость; отсутствие промышленных технологий получения массивных изделий с однородной структурой.

2.5. Текстуры деформации¹

При деформации зерна поликристалла в среднем подвергаются такому же формоизменению, как и весь образец в целом. При этом они стремятся принять определенную кристаллографическую ориентировку относительно внешних деформирующих усилий. Изменение ориентировки происходит постепенно, по мере увеличения степени деформации. В результате, в сильно деформированных металлах возникает отчетливая текстура деформации, т. е. преимущественная кристаллографическая ориентировка зерен. Текстуры деформации, как правило многокомпонентны. Компоненты текстуры включают зерна одинаково ориентированные.

Типы текстур и их характер определяются поворотами решетки, происходящими в результате движения дислокаций в зернах. Эти повороты не являются, конечно, однородными внутри каждого зерна и тем более у различно ориентированных в исходном состоянии зерен. Вследствие сложного характера воздействия со стороны соседних зерен каждое зерно разбивается на разориентированные пачки скольжения, так что рассеяние текстуры в пределах каждого зерна может быть значительным.

Характер текстуры определяется многими факторами, связанными с особенностями самого материала и условиями деформирования.

Способность зародыша рекристаллизации к росту во многом определяется областями деформированного поликристалла, имеющими различные ориентировки. Следовательно, текстура рекристаллизации, рассматриваемая позднее, развивается из текстуры деформации.

¹ Авторы выражают благодарность профессору, доктору физико-математических наук В.Ф. Шамраю за полезные советы при обсуждении этого раздела.

Формы представления и описания текстур

Способы отображения текстур различны [3, 5, 58]. До недавнего времени стандартным методом представления текстур были двумерные полюсные фигуры: прямая (ППФ) — представляет собой гномостереографические проекции нормалей к определенной плоскости решетки для каждой текстурной компоненты; обратная (ОПФ) — распределение ориентировки одной оси образца в координатах решетки.

В настоящее время для описания текстуры используют функции распределения ориентировок (ФРО), которые дают ее более полное и трехмерное представление. ФРО обычно восстанавливают по полюсным фигурам.

Для качественного анализа ФРО можно представить «трубкой текстур» (или «скелетной линией») внутри параллелепипеда, определяемого углами Эйлера. Эти трубки соединяют максимумы интенсивности в стопке сечений «нитеями» или «волоконками трубки» [3, 5]. Тип текстуры отображается положением нескольких нитей внутри куба. Острые максимумы скелетной линии выделяют «текстурные компоненты».

Текстуры могут описываться как одним текстурным направлением $[uvw]$, так и совокупностью преимущественного направления $\langle uvw \rangle$ и преимущественной кристаллографической плоскостью (hkl) .

При волочении возникает так называемая аксиальная текстура, которая проявляется в том, что все зерна ориентируются определенным кристаллографическим направлением $[uvw]$ вдоль направления протяжки, но вокруг оси $\langle uvw \rangle$ зерна занимают произвольное положение. Так, при протяжке металлов с решеткой о.ц.к. — Fe, W, Mo, Nb и др. параллельно направлению волочения (оси проволоки) устанавливается направление $\langle 110 \rangle$ [31].

Основная система скольжения в о.ц.к. металлах — $\{110\} \langle 111 \rangle$. Но в плоскости $\{110\}$ имеются два равноправных направления из семейства $\langle 111 \rangle$ (рис. 2.35). Эти два направления, например $[1\bar{1}1]$ и $[1\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}1]$ на рис. 2.35, должны в конечном итоге расположиться симметрично относительно оси проволоки. Это возможно при двух кристаллографических направлениях оси: $\langle 100 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$ или для случая, показанного на рис. 2.35: $[001]$ и $[1\bar{1}0]$. Практически реализуется направле-

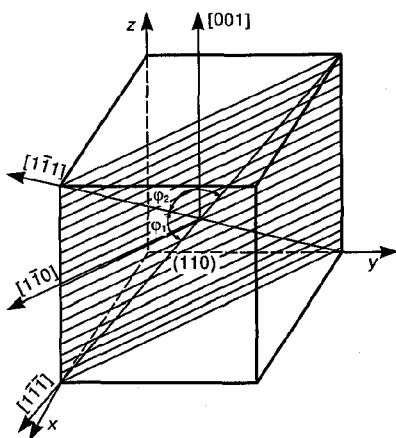


Рис. 2.35. Схема, поясняющая установление направления $[110]$ в качестве оси текстуры волочения у металлов с о.ц.к. решеткой

ние $\langle 110 \rangle$, так как для него угол $\phi_1/2$ с направлением $\langle 111 \rangle$ меньше, чем угол $\phi_2/2$ между $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$.

Более сложный характер имеет текстура после прокатки. При прокатке фиксируется не только кристаллографическое направление $[uvw]$, параллельное направлению прокатки, но и кристаллографическая плоскость (hkl) , параллельная плоскости прокатки. Обозначают такую текстуру парой символов — $(hkl) [uvw]$, состоящих из индексов соответствующих кристаллографических плоскостей и направлений.

Аналогично описываются текстуры сжатия, прессования и т. д. Но наиболее изучены все-таки текстуры прокатки, которые мы и рассмотрим для поликристаллов с различными типами кристаллических решеток.

Текстуры деформации в г.ц.к. металлах

Как уже отмечалось, большинство литературных данных по текстурам деформации и, особенно, по ФРО относятся к текстурам прокатки. Механизм формирования текстуры прокатки рассмотрен далее на примере о.ц.к. металлов.

Текстуры деформации г.ц.к. металлов во многом определяются энергией дефектов упаковки $\gamma_{д.у.}$ [3]. Для металлов с относительно высокой $\gamma_{д.у.}$, например для алюминия ($\gamma_{д.у.} = 170 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-2}$) и меди ($\gamma_{д.у.} = 80 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-2}$), в которых основным способом деформации является скольжение, характерными текстурами прокатки после больших степеней обжатия являются представленные на рис. 2.36, а [59]. Другой тип текстуры прокатки (рис. 2.36, б) характерен для металлов и сплавов с малой $\gamma_{д.у.}$, как например, для латуни (70 % Cu : 30 % Zn) и серебра, у которых $\gamma_{д.у.} < 25 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-2}$ [59]. Обычно текстуру деформации для металлов с высокой энергией дефекта упаковки $\gamma_{д.у.}$ называют «текстурой чистого металла» или «тексту-

рой меди», а для материалов с низкой энергией дефекта упаковки $\gamma_{д.у.}$ — «текстурой сплава» или «текстурой латуни». Термин «текстурный переход» широко используется для описания текстур прокатки металлов и сплавов, имеющих промежуточные значения $\gamma_{д.у.}$.

В соответствии с [5] при прокатке г.ц.к. сплавов с низкой $\gamma_{д.у.}$ в полосах сдвига идет двойникование, а при высокой $\gamma_{д.у.}$ — скольжение. Поэтому с появлением полос сдвига ($\epsilon \geq 0,5$) пути эволюции расходятся: двойникование ведет к «текстуре латуни», а скольжение — к «текстуре меди». Ранее смену типа текстуры с понижением $\gamma_{д.у.}$ обычно связывали с затруднением поперечного скольжения. Понижение температуры деформации, способствуя двойникованию, может вызвать переход от «текстуры меди» к «текстуре латуни».

Для «текстуры меди» (или «текстуры чистого металла») характерны полюсные фигуры, представленные на рис. 2.37 для холоднокатаного на 95 % Al [60]. Эти полюсные фигуры практически идентичны уже рассмотренным полюсным фигурам холоднокатаной на 95 % Cu (см. рис. 2.36).

Обычно для описания текстуры прокатки для г.ц.к. поликристаллов используют идеальные ориентировки $\{112\} \langle 111 \rangle$, $\{110\} \langle 112 \rangle$, $\{123\} \langle 412 \rangle$ [60]. В настоящее время последнюю из ориентировок часто определяют как $\{123\} \langle 634 \rangle$. Ряд об-

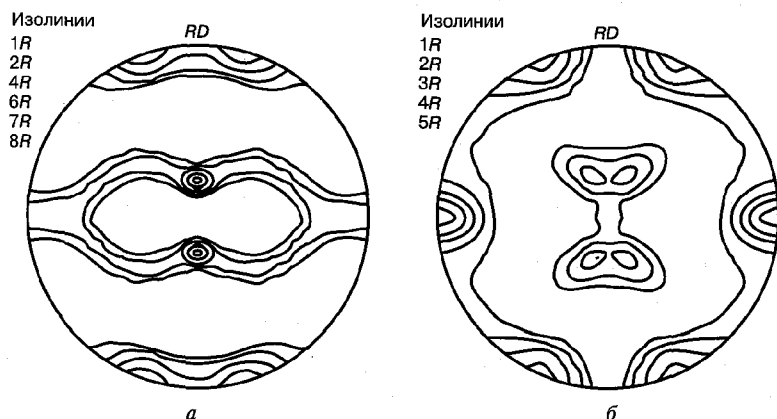


Рис. 2.36. Полюсные фигуры $\{111\}$ холоднокатаных на 95 % г.ц.к. металлов: а — медь; б — латунь 70 % Cu–30 % Zn; RD — направление прокатки; изолинии — линии равной полюсной плотности (1R — интенсивность безтекстурного образца)

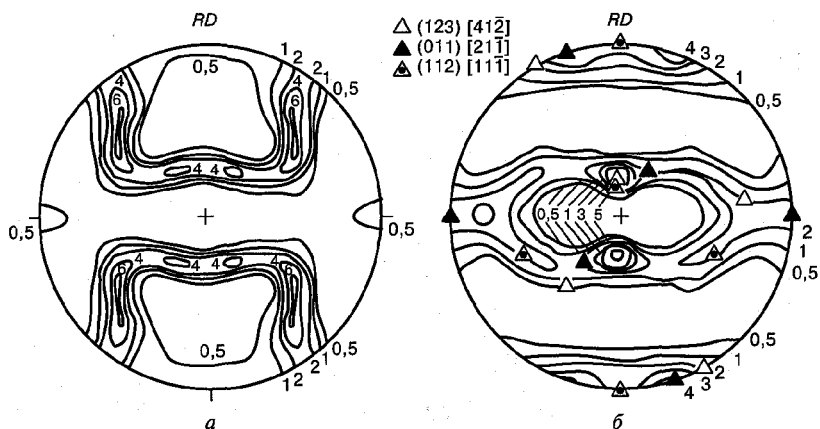


Рис. 2.37. Полусные фигуры холоднокатаного на 95 % алюминия:
a – полусная фигура (100); *б* – полусная фигура (111), показывающая
 позиции некоторых идеальных ориентировок; *RD* – направление прокатки

ших текстурных компонент получил наименования и приведен в табл. 2.3, где также даны их Эйлеровские координаты.

ФРО обеспечивает более полное описание текстуры деформации (рис. 2.38). Наиболее важное наблюдение – это то, что текстуру прокатки можно представить как непрерывную «трубку текстур», которые распространяются от $\{110\} \langle 112 \rangle$ («*B*» с $\Phi = 45^\circ$; $\varphi_2 = 90^\circ$, $\varphi_1 = 35^\circ$), через $\{123\} \langle 634 \rangle$ («*S*» с $\Phi = 37^\circ$; $\varphi_2 = 63^\circ$, $\varphi_1 = 59^\circ$) к $\{112\} \langle 111 \rangle$ («*C*» с $\Phi = 35^\circ$; $\varphi_2 = 45^\circ$, $\varphi_1 = 90^\circ$) (рис. 2.39) [59].

Схематическое представление такой «трубки текстур» показано на рис. 2.39. Обычно уже рассмотренную ось «трубки» *B–S–C* называют « β -волоком», и большинство недавних исследований подтвердили данные в форме плотности ориента-

Таблица 2.3. Текстуры компоненты в холоднокатаных г.ц.к. металлах

Компонента, символ	$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	φ_1	Φ	φ_2
Медь, С	112	111	90	35	45
S	123	634	59	37	63
Госс, G	011	100	0	45	90
Латунь, В	011	211	35	45	90
Диламор, D	4,4,11	11,11,8	90	27	45
Куб	001	100	0	0	0

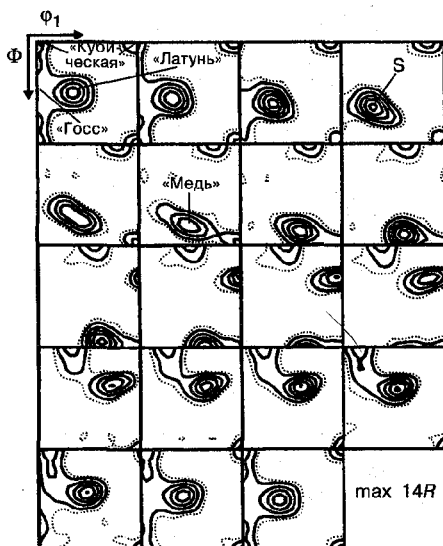
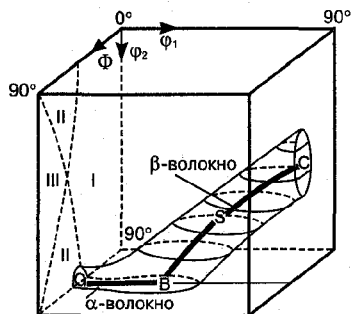


Рис. 2.38. ФРО холоднокатаного на 90 % алюминия

Рис. 2.39. Схематическое представление текстуры прокатанного г.п.к. металла в первом субпространстве трехмерного Эйлера пространства



ций вдоль этой оси [59]. Вторая ось — « α -волокно» распространяется от $\{110\} \langle 001 \rangle$ («G» с $\Phi = 45^\circ$; $\phi_2 = 90^\circ$, $\phi_1 = 0^\circ$) к $\{110\} \langle 112 \rangle$ («B» с $\Phi = 45^\circ$; $\phi_2 = 90^\circ$, $\phi_1 = 35^\circ$) (рис. 2.39).

ФРО может быть использована для количественного описания текстуры — расчета объемной доли основных текстурных компонент. Объемные доли основных ориентировок для холоднокатаной на 95 % меди, полученные из ФРО (см. рис. 2.38), представлены в табл. 2.4.

Характерные для «текстуры латуни» (или «текстуры сплава») полюсные фигуры (см. рис. 2.36, б) и ФРО (рис. 2.40) показывают, что в металлах и сплавах с низкой энергией дефектов упаковки при холодной деформации развиваются текстуры $\{110\} \langle 112 \rangle$ с малым рассеянием. По сравнению с металлами, имеющими высокие значения $\gamma_{д.у.}$, « α -волокно» выражено значительно больше в «текстуре сплава» (рис. 2.41), в которой присутствуют два новых элемента «волокон», названные « γ - и τ -волок-

Таблица 2.4. Объемная доля M основных ориентировок в холоднокатаной на 95 % меди

Компонента	M , %	Компонента	M , %
Медь, С	27	Латунь, В	8
S	38	B/S, $\{168\} \langle 211 \rangle$	18
Госс, G	5	Другие	6

нами» [59]; « τ -волокно» является характерной особенностью текстуры материалов с промежуточными значениями $\gamma_{д.у.}$ ($\sim 40 \text{ МДж} \cdot \text{м}^{-2}$); « γ -волокна» соответствуют объемным элементам с плоскостями $\{111\}$, параллельными плоскости прокатки, т. е. двойникам деформации в микроструктуре, и простираются от $\{111\} \langle 112 \rangle$ (при $\Phi = 55^\circ$; $\varphi_2 = 45^\circ$, $\varphi_1 = 30/90^\circ$) к $\{111\} \langle 110 \rangle$ (при $\Phi = 55^\circ$; $\varphi_2 = 45^\circ$, $\varphi_1 = 0/60^\circ$). « τ -волокно» соответствует ориентировкам, имеющим направление $\langle 110 \rangle$ параллельно TD (направление, перпендикулярное направлению прокатки RD), и распространяется вдоль линий $\varphi_1 = 90^\circ$ на участке $\varphi_2 = 45^\circ$ от ориентировки $\{112\} \langle 111 \rangle$ (С, рис. 2.41) к ориентировке $\{110\} \langle 001 \rangle$ (G, рис. 2.41) при $\Phi = 35^\circ$ и 90° соответственно [61].

Текстуры деформации в о.ц.к. металлах

Текстуры деформации о.ц.к. металлов и сплавов в основном более сложные, чем у г.ц.к. металлов, и изучены значительно меньше. Текстуры прокатки железа и низкоуглеродистых сталей слабо зависят от состава и деформационных параметров. Даже такие значительные микроструктурные неоднородности, как полосы сдвига, оказывают слабое влияние на текстуру прокатки.

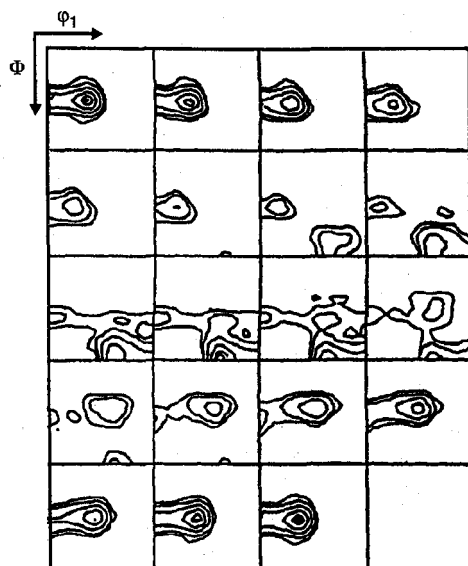
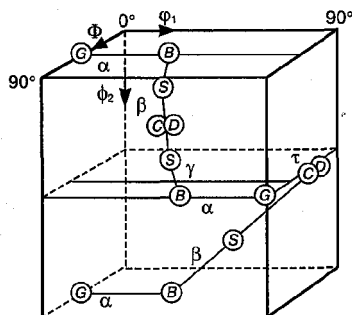


Рис. 2.40. ФРО холоднокатаной на 95 % латуни 70 % Cu – 30 % Zn

Рис. 2.41. График важнейших текстур «волокон» α , β , γ , τ в г.ц.к. материалах



Механизм формирования одной из текстур прокатки в металлах с решеткой о.ц.к. текстуры (001) [110] рассмотрен в работах [31, 62]. Сложную деформацию прокаткой можно условно представить как растяжение вдоль оси прокатки и сжатие в направлении, перпендикулярном поверхности образца. В соответствии с рассмотренными выше процессами волочения в случае материалов с о.ц.к. решеткой вдоль направления растяжения при прокатке, т. е. параллельно направлению прокатки, должно установиться направление $\langle 110 \rangle$. Это значит, что в результате сжатия перпендикулярно его направлению устанавливается кристаллографическая плоскость, содержащая направление $\langle 110 \rangle$.

В скольжении при сжатии в силу симметрии кубической решетки участвуют пары равноправных взаимно перпендикулярных плоскостей из семейства $\{110\}$. Скольжение в них идет вдоль направлений типа $\langle 111 \rangle$, результирующим для которых служит направление типа $\langle 100 \rangle$. Для другой пары плоскостей типа $\{110\}$ скольжение идет также вдоль направления типа $\langle 100 \rangle$, но перпендикулярного к первому. Это значит, что скольжение должно идти по плоскостям, содержащим два направления из семейства $\langle 100 \rangle$ и одно из $\langle 110 \rangle$, но таким требованиям удовлетворяют плоскости типа $\{100\}$, которые и должны располагаться перпендикулярно направлению сжатия. Эти переориентировки и должны привести к текстуре (100) [011], которая наблюдается в металлах с решеткой о.ц.к. Однако вследствие того, что число возможных систем скольжения, особенно в о.ц.к. металлах, больше одной, при прокатке, как правило, возникает не одна, а несколько ориентировок. При этом какая-либо из этих ориентировок встречается чаще и в соответствующую группу входит большее число кристаллитов. Запись такой сложной текстуры включает не одну, а несколько пар символов $(hkl) [uvw]$. При этом первой записывается пара символов, отвечающая наиболее часто встречающейся ориентировке, и т. д.

В качестве примера на рис. 2.42 приведена ППФ для плоскостей $\{110\}$ холоднокатаного железа, из которой следует, что текстура является трехкомпонентной с заметным рассеянием [58]. Одна группа кристаллитов ориентирована параллельно плоскости прокатки кристаллографическими плоскостями $\{100\}$, а параллельно направлению прокатки — кристаллогра-

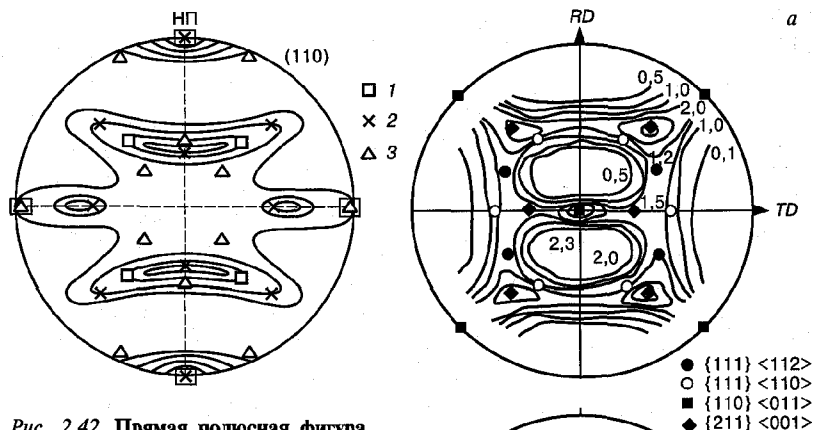
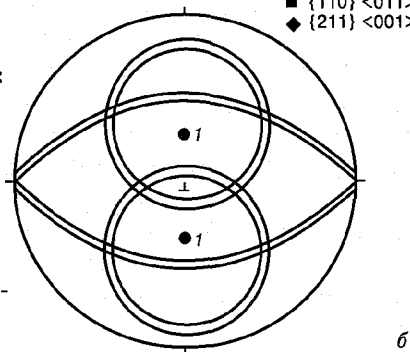


Рис. 2.42. Прямая полюсная фигура (110) для холоднокатаного α -Fe с обозначенными на ней ориентировками: 1 — $\{100\}(110)$; 2 — $\{112\}(110)$; 3 — $\{111\}(112)$

Рис. 2.43. Текстура прокатки холоднокатаной низкоуглеродистой стали: а — полюсная фигура (200) после обжатия на 90 %; б — частично волокнистая текстура, обычно используемые для описания текстуры прокатки; 1 — ось волокна



фическими направлениями (110). Проекции нормалей к плоскостям $\{110\}$ для кристаллитов этой группы располагаются на полюсной фигуре (100) в местах, помеченных квадратиками.

Две другие группы кристаллитов размещены в пространстве так, что параллельно плоскости прокатки расположены плоскости $\{112\}$ и $\{111\}$, а параллельно направлению прокатки — соответственно направления (110) и (112). Проекции нормалей к плоскостям $\{110\}$ этих кристаллитов расположены на полюсной фигуре (110) в местах, отмеченных крестиками и треугольниками.

Типичная ППФ (200) показана на рис. 2.43, а. Пять ориентировок используются для описания компонент этой текстуры: $\{111\} \langle 112 \rangle$, $\{111\} \langle 123 \rangle$, $\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{112\} \langle 110 \rangle$ и $\{111\} \langle 110 \rangle$ [63].

Обычное описание текстур прокатки для о.ц.к. металлов и сплавов сводится к описанию рассеяния двух значительных ориентировок, которые могут быть описаны как аксиальные

(волокнистые) текстуры (рис. 2.43, б). Одна из них соответствует аксиальной текстуре с осью $\langle 111 \rangle$, перпендикулярной к поверхности листа. Характерными примерами могут служить вышеупомянутые ориентировки $\{111\} \langle uvw \rangle$. Другая частично аксиальная текстура с осью $\langle 110 \rangle$, параллельной направлению прокатки, включает в себя уже отмеченные ориентировки $\{hkl\} \langle 110 \rangle$ [64].

ФРО, полученные от подобных низкоуглеродистых сталей после холодной прокатки с обжатием 90 %, представлены на рис. 2.44, б [65, 66]. Природа текстур прокатки для о.ц.к. поликристаллов такова, что данные лучше представлять на плоскости при постоянных значениях ϕ_1 в отличие от г.ц.к. поликристаллов, где нагляднее, когда $\phi_2 = \text{const}$. Интерпретация данных ФРО основывается в основном на попытках идентифицировать оси или «волокна», подобные тем, что используются для г.ц.к. поликристаллов. Например, в работе [66] показано, что текстура, приведенная на рис. 2.44, б, хорошо описывается « α - и γ -волокнами», рассмотренными ранее.

Индексы Миллера основных текстурных компонент в прокатанных о.ц.к. металлах и их Эйлеровские координаты приведены в табл. 2.5.

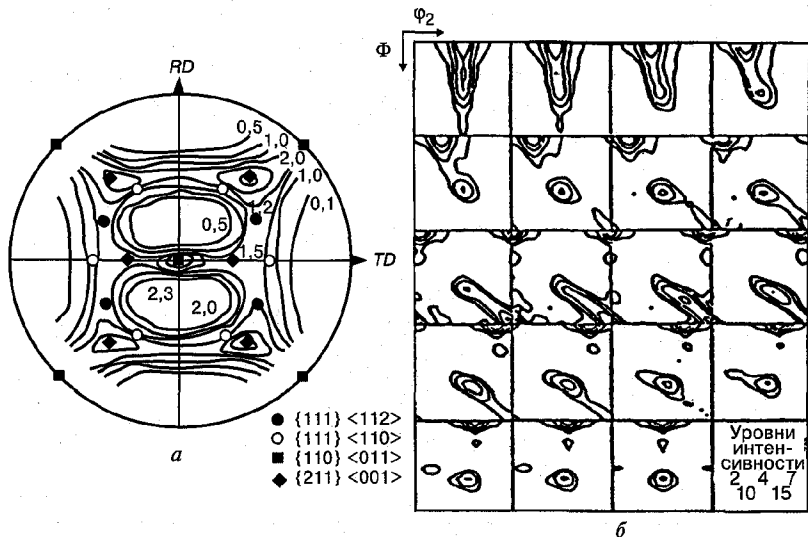


Рис. 2.44. Текстура прокатки холоднокатаной на 90 % низкоуглеродистой стали: а — полюсная фигура (200); б — ФРО

Таблица 2.5. Текстуры компоненты в холоднокатаных о.ц.к. металлах

$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	Φ_1	Φ	Φ_2
001	110	45	0	0
211	011	51	66	63
111	011	60	55	45
111	112	90	55	45
11,11,8	4,4,11	90	63	45
110	110	0	90	45

Текстуры деформации в г.п. металлах

Текстуры деформации в г.п. металлах изучены меньше, чем в металлах с кубической решеткой. Но тем не менее достаточно очевидно, что на текстуры прокатки оказывают влияние отношения осей c/a и, особенно,

действующие системы скольжения [67].

Для металлов с отношением c/a , близким к идеальному значению 1,633, текстура прокатки имеет сильную компоненту $\{0001\} \langle 1100 \rangle$, которая является следствием преимущественного скольжения по базисной плоскости (рис. 2.45, а) [64]. В цинке и кадмии, где отношение $c/a > 1,633$ базисные плоскости повернуты на $20...30^\circ$ вокруг направления TD , перпендикулярного направлению прокатки RD (рис. 2.45, б). Такая текстура предсказуема, когда базисное скольжение сочетается с двойникованием, что подтверждает микроструктурный анализ. Для металлов с $c/a < 1,633$ базисные плоскости также повернуты относительно плоскости прокатки, но в данном случае ось вращения больше параллельна направлению прокатки RD , чем TD , и угол наклона составляет $30...40^\circ$ (рис. 2.45, в). Осью вращения является направление $\langle 1010 \rangle$.

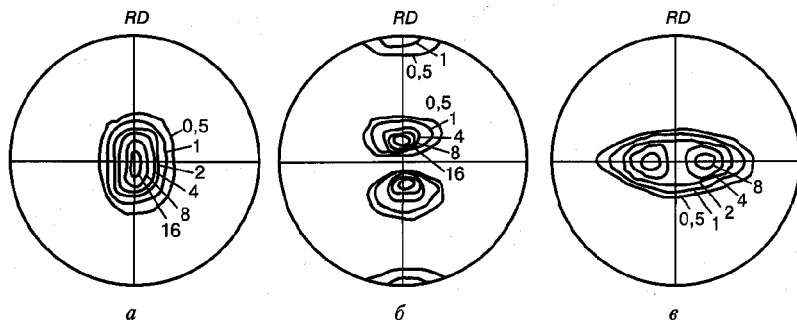


Рис. 2.45. Текстуры прокатки (полносные фигуры 0002) холоднокатаных г.п. металлов, для разных отношений c/a :
 а — магний, c/a — идеальное (1,633); б — цинк, c/a — высокое ($> 1,633$);
 в — титан, c/a — низкое ($< 1,633$)

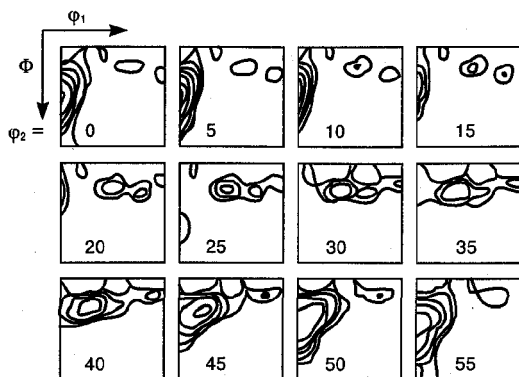


Рис. 2.46. Текстура прокатки холоднокатаного на 90 % титана

Исследования текстуры с построением ФРО подтвердили результаты, ранее полученные при анализе полюсных фигур. Например, в случае титана основными компонентами текстуры прокатки с обжатием 90 % являются $\{1214\}\langle 1010 \rangle$, $\{1212\}\langle 1010 \rangle$, $\{1210\}\langle 1010 \rangle$, каждая из которых имеет направление прокатки $\langle 1010 \rangle$ [68]. Первую и наиболее значительную компоненту можно увидеть на рис. 2.46 при $\Phi = 37^\circ$, $\Phi_1 = 0^\circ$, $\Phi_2 = 0^\circ$. Эта компонента текстуры развивается при степенях обжатия более 50 %, когда преимущественным способом деформации становится двойникование. Следует отметить, симметрия г.п. металлов такова, что в ФРО можно показывать только значения Φ_2 в области $0 \dots 60^\circ$.

2.6. Свойства металлов и сплавов после холодной деформации

Структурные изменения, вызванные холодной деформацией, резко изменяют структурно-чувствительные механические и физические свойства. Особенно сильно увеличиваются прочностные и снижаются пластические свойства (табл. 2.6). Существенно сказывается на упрочнении тип кристаллической решетки. Сплавы с решеткой г.д.к. упрочняются в несколько раз интенсивнее, чем сплавы с решеткой о.д.к. (табл. 2.6).

Влияние энергии дефектов упаковки иллюстрируется сопоставлением изменения свойств сплавов на основе алюминия $\gamma_{д.у.} > 200 \text{ эрг} \cdot \text{см}^{-2}$, никеля $\gamma_{д.у.} \approx 120 \text{ эрг} \cdot \text{см}^{-2}$ и меди $\gamma_{д.у.} \approx 60 \text{ эрг} \cdot \text{см}^{-2}$. Тогда как в сплаве на основе алюминия в

результате деформации на 90 % предел прочности увеличивается в 3 раза, в никеле и сплаве на основе меди он возрастает более чем в 7 раз.

Более резко, чем σ_B , растет при деформации предел текучести σ_T (см. табл. 2.6), так что с ростом степени деформации разность $\sigma_B - \sigma_T$ уменьшается и тем самым снижается способность к дальнейшей пластической деформации.

Наклеп также вызывает прирост электросопротивления вследствие усиления рассеяния электронов проводимости дефектами решетки. Величина прироста ($\Delta\rho$) зависит от состава и состояния материала. У чистых металлов прирост минимален и составляет 2...6 %; у твердых растворов он доходит до 10...20 %, наконец, у упорядоченных твердых растворов он достигает 100 % и более.

Меняются при наклепе и структурно чувствительные магнитные свойства. Коэрцитивная сила H_c монотонно растет, проницаемость μ падает, остаточная индукция B_r резко падает при малых деформациях (5...8 %) и медленнее — с дальнейшей деформацией.

Деформация сказывается также на плотности. С увеличением деформации плотность уменьшается на несколько десятых процента. Так, удельный объем металла холоднокатаных труб из стали ШХ15 больше, чем горячекатаных, на 0,16 %. При очень больших деформациях уменьшение плотности иногда оказывается более слабым, чем при меньших.

Важное значение имеет анизотропия свойств, возникающая в результате образования текстуры при больших степенях деформации.

Таким образом, при прокатке и волочении даже с большими степенями деформации в металлах и сплавах формируется,

Таблица 2.6. Изменение механических свойств при холодной деформации волочением

Сталь	ϵ , %	σ_B , кгс/мм ²	σ_T , кгс/мм ²	δ , %	ψ , %
Низкоуглеродистая (0,08 % С)	0	41,8	30	31	73
	70	83,5	65	6	31
	95	108,0	90	5	25
Аустенитная (18 % Cr, 8 % Ni)	0	61,9	24,6	80	71,8
	40	112,5	105,4	—	—
	90	182,8	182	5	43

в основном, ячеистая структура, приводящая к существенному росту прочности и существенному падению пластичности. Иначе изменяются свойства материалов после холодной ИПД с очень большими степенями и получением нано- и субмикрорекристаллической структуры [33, 34].

Прочность нанокристаллических металлических материалов при растяжении существенно превышает прочность крупнозернистых аналогов как для чистых металлов (рис. 2.47, а), так и для сталей (рис. 2.47, б). При этом значения пластичности при комнатной температуре достаточно высоки, что, по видимому, является следствием значительной зернограницной деформации. Как следует из данных на рис. 2.47, а, чистые титан и медь с размером зерна 200...300 нм, полученные интенсивной пластической деформацией, имеют значительно более высокий предел текучести при большей пластичности, чем их крупнозернистые аналоги [69]. Коррозионно-стойкая аустенитная сталь 12Х18Н10Т после равноканального углового прессования при комнатной температуре с размером зерна < 100 нм имеет предел текучести 1340 МПа, что практически в 6 раз превышает предел текучести этой стали после термообработки [70]. При этом пластичность сохраняется на достаточно высоком для такой прочности уровне $\delta = 27\%$.

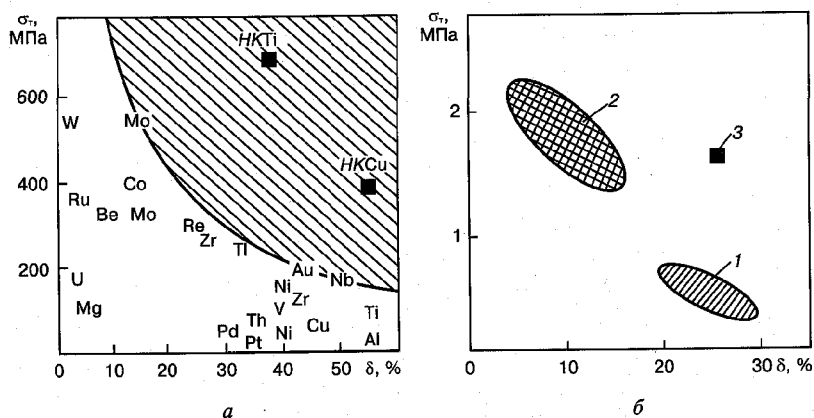


Рис. 2.47. Соотношение между прочностью и пластичностью для чистых металлов (а) и сталей (б) с крупнозернистой структурой и НК (черные точки): а — область для металлов с НК-структурой заштрихована; б — область: 1 — низкоуглеродистые стали; 2 — высокопрочные стали; 3 — аустенитная сталь 12Х18Н10Т с размером зерна 100 нм

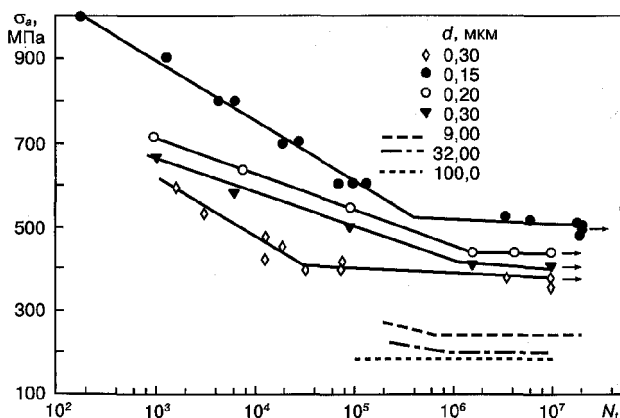


Рис. 2.48. Циклическая прочность титана при разном размере зерна; σ_a — амплитуда цикла, N_f — число циклов до разрушения

Предел текучести низкоуглеродистых сталей Ст. 3, 20ГСФ и 25Г2С после теплового равноканального углового прессования с частично субмикроструктурной структурой и средним размером зерна 300...400 нм повышается соответственно до значений $\sigma_T = 840, 1110$ и 1000 МПа при пластичности $\delta = 10...15\%$ [71–73].

Наноструктурный чистый титан, полученный методом ИПД, имеет более высокие прочностные свойства ($\sigma_B = 1100$ МПа) и близкие значения пластичности ($\delta = 10\%$), по сравнению с широко используемым в медицине сплавом Ti–6Al–4V [33]. При этом циклическая прочность повышается в области как много-, так и малоциклового усталости (рис. 2.48) по сравнению с крупнозернистым титаном [74, 75].

Уменьшение размера зерна способствует проявлению низкотемпературной и высокоскоростной сверхпластичности. Так, в субмикроструктурном сплаве Al–3% Mg–0,2% Sc при $t = 400^\circ\text{C}$ и скорости деформации $3,3 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ получено удлинение 2280% [76]. Высокие значения пластичности получены на субмикроструктурных сплавах Al–Mg–0,22% Sc–0,15% Zr, содержащих 0...4,5% Mg, в интервале температур 320...500°C и скоростей деформации 0,01...0,4 с^{-1} [77].

Формирование нано- и субмикроструктурной структуры при ИПД приводит к изменению фундаментальных фи-

Таблица 2.7. Некоторые фундаментальные свойства металлов в наноструктурном (НС) и крупнокристаллическом (КК) состояниях

Свойства	Материал	Значение	
		НС	КК
Температура Кюри, К	Ni	595	631
Намагниченность насыщения, А · м ² /кг	Ni	38,1	56,2
Температура Дебая, К	Fe	240*	467
Коэффициент диффузии, м ² /с	Cu в Ni	$1 \cdot 10^{-14}$	$1 \cdot 10^{-20}$
Предел растворимости при 293 К, %	Cu в α -Fe	1,2	0,06
Модуль Юнга, ГПа	Cu	115	128

*Для приграничной области.

зических свойств материалов (табл. 2.7) [33]. Видно, что формирование наноструктур в ИПД металлах существенно изменяет фундаментальные магнитные характеристики, такие, как температура Кюри и намагниченность насыщения. Существенные изменения были обнаружены также в величине температуры Дебая, которая была измерена методами рентгеноструктурного анализа и мессбауэровской спектроскопии. При этом установлено понижение температуры Дебая, что отражает повышение динамических свойств атомов, с которыми связаны также изменения коэффициента диффузии. В качестве примера в табл. 2.7 приведены данные коэффициентов диффузии Cu в наноструктурном Ni, полученном РКУ прессованием.

Среди других параметров, для которых установлено изменение в наноструктурных материалах, можно выделить упругие модули и предел растворимости, например углерода α -Fe (см. табл. 2.7).

Несмотря на отмеченные примеры значительного повышения механических характеристик объемных наноструктурных материалов, в целом комплекс механических и эксплуатационных свойств этих материалов изучен слабо, что затрудняет их возможное использование.

Библиографический список к главе 2

1. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1967. — 404 с.
2. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1978. — 568 с.

3. *Hemphreys F.J., Hetherly M.* // Recrystallization and Related Annealing Phenomena. — Pergamon, 1996. — 496 p.
4. *Yeung W.Y.* // Acta Metall Mater. 1990. V. 38. 1109 p.
5. *Штремель М.А.* Прочность сплавов: Ч. 2. Деформация. — М.: МИСиС, 1997. — 527 с.
6. *Хоникомб Р.* Пластическая деформация металлов. — М.: Мир, 1972. — 408 с.
7. *Andrade E.N., Da C., Aboav D.A.* // Proc. Phys. Soc. 1957. № 240. С. 304—312.
8. *Хови А.* // Прямое наблюдение несовершенств в кристаллах. — М.: Металлургия, 1965. — 198 с.
9. *Левит В.И.* Формирование структуры сплавов на основе никеля и железа при больших пластических деформациях. — Свердловск: ИФМ, 1986. — 386 с.
10. *Clark R., Cholmers B.* // Acta Metall. 1954. № 2. Р. 80—86.
11. *Усиков М.П., Утевский Л.М.* // ФММ. 1961. Т. 11, № 6. С. 952—954.
12. *Горелик С.С., Гольдштейн В.Я.* // ФММ. 1968. Т. 26, вып. 1. С. 129—138.
13. *Горелик С.С., Розенфельд А.М., Скаков Ю.А., Спиридонов В.В.* // Изв. вузов. Черная металлургия. 1960. № 2. С. 105—111.
14. *Фридель Ж.* Дислокации. — М.: Мир, 1967. — 538 с.
15. *Barrett C.R.* // Trans. Metall. Soc. A.I.M.E. 1939. № 137. 128 p.
16. *Барретт Ч.С.* Структура металлов. — М.: Металлургиздат, 1948. — 676 с.
17. *Равич И.Г., Розенберг В.М., Козаковцева В.А.* // Изв. АН СССР. Металлы. 1973. № 5. С. 160—165.
18. *Messenger C., Morgan P.* // C.R. Acad. Science. 1960. V. 251, № 23. Р. 2701—2703.
19. *Инденбом В.Л.* // Итоги науки: Физико-математические науки. Вып. 3. — М.: Изд-во АН СССР, 1960. №. 84. С. 117—158.
20. Возврат и рекристаллизация металлов. Пер. с англ. — М.: Металлургия, 1966.
21. *Лившиц Б.Г., Новиков В.Ю., Рощина Л.В.* // Физика металлов и металловедение. 1972. Т. 34, вып. 4. С. 301—310.
22. *Бриллиантов Н.А., Обреимов И.В.* // ЖЭТФ. 1935. Т. 5, № 3—4. 330 с.; 1937. Т. 7, № 8. 878 с.
23. *Orowan E.* // Natura. 1942. V. 149, № 3783. 643 p.
24. *Malin A.S., Hatherly M.* // Met. Science. 1979. № 13. 463 p.
25. *Bourelle F. Le Hericy* // J. in Ecrouissage, Restauration, Recristallisation. Presses Univ. de France, Paris. 1963. 33 p.
26. *Hatherly M.* // Proc. 6th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, / Ed. Gufkins. — Oxford: Pergamon, 1982. — 1181 p.
27. *Jackson P.A.* // Scripta Metall. 1983, № 17. 199 p.
28. *Adcock F.* // J. Inst. Met. 1922. № 27. 73 p.
29. *Hatherly M., Malin A.S.* // Scripta Metall. 1984. № 18. 449 p.
30. *Duggan B.J., Hutchinson W.B., Hatherly M.* // Scripta Metall. 1978. № 12. 1293 p.

31. Кудрявцев И.П. Текстура в металлах и сплавах. — М.: Металлургия, 1965. — 292 с.
32. Горелик С.С., Гольдштейн В.Я., Вербовецкая Д.Я. // Изв. вузов. Черная металлургия. 1968, № 5. С. 124–127.
33. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. — М.: Логос, 2000. — 272 с.
34. Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation / Eds. by T.C.Lowe and R.Z.Valiev. NATO Science Series, Series 3. High Technology — 2000. V. 80. 394 p.
35. Бриджмен П.В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. — М.: ИЛ, 1955. — 444 с.
36. Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И. // Известия АН СССР. Металлы. 1981. № 1. 115 с.
37. Kaibyshev O., Kaibyshev R., Salishchev G. // Mater. Science Forum. 1993. V. 113–115. 423 p.
38. Китайский В.Е., Крылов Н.И., Слоним А.З. // Термическое и термомеханическое упрочнение металлов. — М., 1978. — С. 21–23.
39. Park J.J., Shin D.H. // Proc. of TMS Annual Meeting in Seattle, WA. Feb. 17–21, 2002. — P. 253–258.
40. Zhu Y.T., Huang J. // Proc. of TMS Annual Meeting in Seattle, WA. Feb. 17–21, 2002. — P. 331–340.
41. Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N., Sakai T. // Acta Mater. 1999. N 47. P. 579–583.
42. Бейгельзимер Я.Е., Варюхин В.Н., Сынков С.Г. и др. // ФТВД. 1999. Т. 9, № 3. 109 с.
43. Салищев Г.А., Валиахметов О.Р., Галеев Р.М., Малышева С.П. // Металлы. 1996. № 4. 86 с.
44. Крылов Н.И. и др. // Новые материалы и методы их обработки. — Киев: ИЭС, 1981. — С. 40–41.
45. Iwahasi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Acta Mater. 1998. V. 46. 3317 p.
46. Iwahasi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Acta Mater. 1997. V. 45. 4733 p.
47. Horita Z., Smith D.J., Furukawa M. et al. // TMS. 1997. V. 2. P. 937–943.
48. Sakai T., Jonas J.J. // Acta Metall. 1984. V. 32. 189 p.
49. Dobatkin S.V. Severe Plastic Deformation of Steels: Structure, Properties and Techniques // Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation / T.C. Lowe and R.Z. Valiev (eds.). NATO Science Series. Kluwer Academic Publishers. Netherlands, 2000. V. 3/80. P. 13–22.
50. Фаббер В.М. // ММТОМ. 2002. № 8. С. 3–12.
51. Valiev R.Z., Koznikov A.V., Mulyukov R.R. // Mater. Science Eng. 1993. V. A186. 141 p.
52. Mishin O.V., Gertsman V.Yu., Valiev R.Z., Gottstein G. // Scripta Mater. 1996. V. 35. 873 p.
53. Ахмадеев Н.А., Валиев Р.З., Копылов В.И., Мулюков Р.Р. // Известия РАН. Металлы. 1992. № 5. 96 с.

54. Horita Z., Smith D.J., Furukawa M., Nemoto M., Valiev R.Z., Langdon T.G. // J. Mater. Res. 1996. V. 11. 1880 p.
55. Valiev R.Z., Kozlov E.V., Ivanov Yu.F., Lian J., Nazarov A.A., Baudelet B. // Acta Metall. Mater. 1994. V. 42. 2467 p.
56. Eastman J.A., Fitzsimmons M.R., Muller-Stach M., Wallner G., Elam W.T. // NanoStructured Materials. 1992. V. 1. 47 p.
57. Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.И., Кузнецов Р.И., Давыдова Л.С., Сазонов В.А. // ФММ. 1986. Т. 61. 1170 с.
58. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. — М.: МИСИС, 2002. — 360 с.
59. Hirsch J., Lucke K. // Acta Metall. 1988. № 36. 2863 p.
60. Grewen J., Huber J. // Recrystallization of Metallic Materials / Ed. F. Haessner. Springer, 1978. — 111 p.
61. Hirsch J., Lucke K. // Acta Metall. 1988. № 36. 2883 p.
62. Вассерман Г., Гревен И. — М.: Металлургия, 1969. — 654 с.
63. Hutchinson W.B. // Int. Met. Rev. 1984. № 29. 25 p.
64. Hatherly M., Hutchinson W.B. An Introduction to Textures in Metals. Institution of Metallurgists, Monograph 5, 1979.
65. Lucke K., Holscher M. // Text. Microstruct. 1991. № 14–18. 585 p.
66. Hirsch J. // Mats. Science and Tech. V. 6. 1048 p.
67. Grewen J. // Proc. 3rd Coll. Eur. sur Textures. Pont-a-Mousson, 1973. — 195 p.
68. Nauer-Gerhardt C.U., Bunge H.J. // ICOTOM 8 / Eds. Kallend and Gottstein. Warrendale: TMS, 1988. — 505 p.
69. Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Zhu Y.C., Lowe T.C. // J. Mater. Res. 2002. V. 17, № 1. P. 5–8.
70. Косицына И.И., Сагарадзе В.В., Копылов В.И. // ФММ. 1999. Т. 88, № 5. С. 84–89.
71. Dobatkin S.V., Valiev R.Z., Krasilnikov N.A., Konenkova V.N. // Proc. of the Fourth Inter. Conf. On Recrystallization and Related Phenomena (REX'99), Tsukuba City, Japan, 1999. P. 913–918.
72. Dobatkin S.V., Odessky P.D., Krasilnikov N.A., Raab G.I., Konenkova V.N. // Proc. Of the First Joint International Conference on Recrystallization and Grain Growth / Eds. G. Gottstein and D.A. Molodov. Springer-Verlag, 2001. P. 543–548.
73. Добаткин С.В., Одесский П.Д., Пунтан Р. и др. // Металлы. 2004. № 1. С. 96–107.
74. Vinogradov A.Yu., Stolyarov V.V., Hashimoto S., Valiev R.Z. // Materials Science and Engineering. 2001. № 318. P. 163–173.
75. Виноградов А.Ю., Хашимото С. // Металлы. 2004. № 1. С. 51–62.
76. Komura S., Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.C. // Mat. Science Eng. 2001. № 297. P. 111–118.
77. Perevezentsev V.N., Chuvil'deev V.N., Kopylov V.I., Sysoev A.N., Langdon T.G. // Ann. Chim. Science Mat. 2002. N 27(3). P. 99–109.

Глава 3

ПРОЦЕССЫ, ИДУЩИЕ ПРИ НАГРЕВЕ ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Состояние деформированного (наклепанного) металла термодинамически нестабильно при всех температурах. Свободная энергия такого металла больше, чем отожженного/за счет энергии структурных несовершенств, созданных при наклепе.

Поскольку тип, концентрация и характер распределения структурных несовершенств весьма разнообразны, их устранение при нагреве реализуется путем различных элементарных процессов, требующих различной энергии. Источником такой энергии является энергия тепловых колебаний атомов.

В отличие от полиморфных превращений, происходящих при строго определенных температуре и давлении и сопровождающихся скачкообразным изменением свободной энергии, переход деформированного металла из метастабильного в более стабильное состояние с меньшей свободной энергией (меньшая концентрация разного типа структурных несовершенств и их более энергетически выгодное распределение) происходит в определенном интервале температур и длительности нагрева.

Необходимую тепловую энергию для удаления структурных дефектов определенного типа называют *энергией активации* Q соответствующего процесса. Время τ начала такого процесса сокращается с повышением температуры T по экспоненциальному закону:

$$\tau = \tau_0 \exp(Q/kT), \quad (3.1)$$

где τ_0 — константа; Q — для различного типа дефектов и процессов имеет разные значения; k — постоянная Больцмана.

Для точечных дефектов значение Q минимально и много меньше, чем для удаления дислокаций и тем более миграции границ зерен [1].

Средняя кинетическая энергия тепловых колебаний атомов E зависит от температуры по закону:

$$E = 3/2kT. \quad (3.2)$$

При комнатной температуре значение $E \approx 0,025...0,2$ эВ. Это много больше энергии, необходимой для миграции одиночных точечных дефектов, и меньше энергии, необходимой для миграции дислокаций и тем более их скоплений. Поэтому практически все структурные дефекты, кроме точечных, при комнатной температуре и тем более при температурах ниже комнатной «заморожены».

Если нагрев осуществлять до температуры выше комнатной, то удаление структурных дефектов будет осуществляться ступенчато при температурах тем более высоких, чем больше соответствующая энергия активации.

Если в реальных условиях образец нагревать с большой скоростью на высокую температуру, то процессы миграции дефектов разного типа с разной энергией активации будут накладываться друг на друга. При этом изменяется не только скорость отдельных процессов, но и возникающая при этом конфигурация оставшихся дефектов и их комбинаций. Определяемая при этом энергия активации является *эффективной энергией активации*.

Корректное определение истинной энергии активации удаления данного конкретного типа дефектов возможно только в том случае, когда концентрации и положение дефектов других типов остаются неизменными.

Определение истинных энергий активации (что важно для понимания механизма этих процессов) существенно облегчается для случаев, когда имеются способы введения дефектов только данного типа и есть свойства, изменение которых особенно чувствительно к изменению концентрации этого типа дефектов.

Применительно к точечным дефектам известны два основных метода их введения без одновременного введения дефектов другого типа. Это метод облучения материала частицами высоких энергий и метод резкой закалки объекта исследований с высоких предплавильных температур, при которых в нем возникают термодинамически равновесные вакансии и межузельные атомы. Особенно чувствительными к concentra-

ции точечных дефектов являются: запасенная энергия, определяемая калориметрически; электросопротивление ρ и в меньшей мере плотность.

Свойствами, практически не чувствительными к точечным дефектам, но особо чувствительными к одномерным (дислокации) и двумерным (разного рода границы) дефектам являются механические свойства и прежде всего предел текучести σ_T . Так, зависимость σ_T от среднего размера зерна d известна как уравнение Петча–Холла [2] и равна:

$$\sigma_T = \sigma_0 + kd^{-1/2}, \quad (3.3)$$

В случае пластической деформации даже на небольшие степени, когда возникают и дислокации и точечные дефекты, анализ изменения при нагреве концентрации и распределения дефектов определенного типа становится особенно затруднительным и недостаточно информативным, если пользоваться анализом изменения только одного из свойств. Это, в известной мере, иллюстрируют данные Ван-Бюрена [3], который одним из первых обобщил результаты разных авторов о последовательности устранения разного типа структурных дефектов при нагреве на основании данных об изменении какого-то одного из свойств. Он проанализировал данные об изменении электросопротивления в образцах меди и золота (рис. 3.1, табл. 3.1) — в них структурные дефекты были введены тремя способами: пластической деформацией (а), закалкой с высоких температур (б) и облучением (в) — и оценил приблизительно эффективные энергии активации (хотя термином «эффективные» он не пользовался). Электросопротивление ρ оказалось особо чувствительным к ранним стадиям структурных изменений в закаленных и облученных образцах. Ван-Бюрен обозначил стадии, когда ρ существенно уменьшилось (на 30 и 60 %), а σ_T осталось практически неизменным как стадии I и II. Энергия активации снижения ρ была им оценена равной 0,1...0,4 эВ.

Принципиально важно, что прямыми структурными методами никаких изменений в структуре при этом не выявлялось.

В пластически деформированных образцах снижение ρ выявлялось только на стадии III, которой соответствовала энергия активации $>0,6$ эВ. На этой стадии структурные измене-

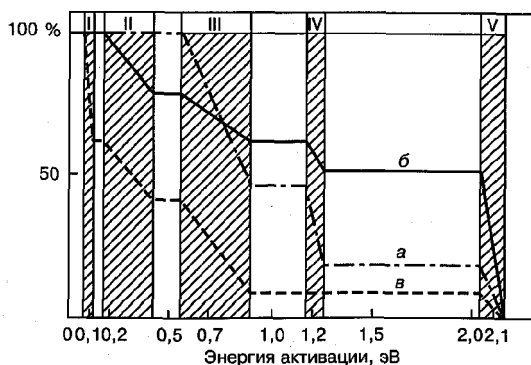


Рис. 3.1. Стадии процесса восстановления электросопротивления (I–V) при нагреве меди и золота (Ван-Бюрен)

ния — концентрация и расположение дислокаций — выявлялись и прямыми методами.

В более поздних исследованиях обнаружение изменения свойств при еще более низких температурах оказалось возможным с помощью калориметрических измерений.

То, что на стадиях I и II, в отличие от стадии III, никаких структурных изменений обнаружено не было, а представления о природе, поведении и влиянии на свойства точечных дефек-

Таблица 3.1. Стадии и элементарные процессы снижения электросопротивления при нагреве меди и золота, содержащих структурные несовершенства, внесенные разными методами

Стадии восстановления	Элементарные процессы и их предполагаемая сущность	Температурный интервал, К	Эффективная энергия активации процесса, эВ
Возврат	I. Рекомбинация пар: межузельный атом + вакансия	30–40 ($\sim 0,03 T_{пл}$)	$\sim 0,1$
	II. Миграция межузельных атомов, групп вакансий (бивакансий)	90–200 ($0,1–0,15 T_{пл}$)	0,2–0,5
	III. Перераспределение дислокаций без образования новых границ	210–320 ($0,16–0,2 T_{пл}$)	0,7
Полигонизация	IV. Перераспределение дислокаций с частичной аннигиляцией и образованием малоугловых границ	350–400 ($0,25–0,2 T_{пл}$)	1,2

тов еще были крайне ограничены и послужило причиной того, что стадии I и II вначале были названы не имеющим никакого физического смысла термином «отдых».

Позднее, исходя из того факта, что на стадиях I и II значения ряда свойств и, прежде всего, электросопротивления в значительной мере возвращаются к значениям, которые они имели до внешнего воздействия, эти стадии получили название «возврат» [4].

Стадии, отвечающие более высоким температурам нагрева и связанные с перераспределением и частичной аннигиляцией дислокаций и образованием областей с пониженной плотностью дислокаций, окруженных малоугловыми границами, называли *полигонизацией*, а с образованием и ростом зародышей новых бездефектных зерен, отделенных высокоугловыми границами — *рекристаллизацией*.

Ниже рассматриваются механизмы процессов, протекающих на этих трех стадиях.

3.1. Возврат

Возврат — самая низкотемпературная стадия перераспределения и уменьшения концентрации при нагреве структурных несовершенств, созданных предшествующей обработкой, требующая минимальной энергии активации. Такими несовершенствами являются точечные дефекты — вакансии и межузельные атомы, их малые ансамбли. Основным методом изучения возврата является, как отмечено выше, анализ изменения свойств, особо чувствительных к этого типа структурным несовершенствам.

Основными механизмами и следствием процессов, идущих при возврате, являются:

- встреча и аннигиляция точечных дефектов, противоположных по знаку создаваемых ими микронапряжений (вакансии и межузельные атомы);

- образование скоплений (кластеров) из точечных дефектов одного или разных типов; кластеры вакансий образуют дефекты упаковки типа вычитания (рис. 3.2, а), кластеры межузельных атомов — дефекты упаковки типа внедрения (рис. 3.2, б). При наличии атомов примесей состав этих кластеров усложняется за счет вхождения в них примесных атомов;

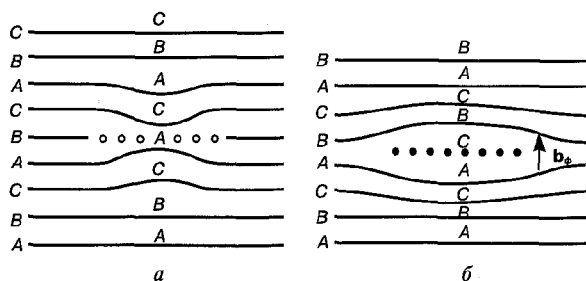


Рис. 3.2. Дефекты упаковки типа вычитания (а) и типа внедрения (б) (схема): оо — вакансии; ... — межузельные атомы; ABC — последовательность укладки плотно упакованных слоев

— сток точечных дефектов в дислокации и их скопления, в малоугловые и высокоугловые границы, границы фаз и внешние поверхности образцов, приводящий к исчезновению или резкому уменьшению концентрации точечных дефектов.

Ясно, что чем больше мест стока, тем больше скорость возврата. В поликристаллах она выше, чем в монокристаллах. Сток точечных дефектов в зависимости от их типа может удлинить или укоротить протяженность линейных дефектов, вызвать незначительную шероховатость фазовых поверхностей, но практически не приводит к образованию или исчезновению малоугловых и тем более высокоугловых границ.

В зависимости от состава и концентрации примесей они могут существенно влиять на поведение собственных точечных дефектов. Примеси с атомным радиусом, значительно отличающимся от атомного радиуса матрицы, замедляют диффузию вакансий к стокам. На кинетику аннигиляции пар межузельный атом—вакансия примеси, по мнению большинства авторов, практически не влияют [3], в отличие от диффузии вакансий.

Для выяснения механизма начальных стадий возврата очень важно предотвратить осуществление динамического возврата, под которым понимают возврат, протекающий непосредственно в ходе деформации (наклепа). Для этого необходимо соблюдение нескольких условий.

1. Деформация должна осуществляться при более низкой температуре (близкой к 0 К).

2. Материал до деформации должен содержать минимальное количество структурных дефектов и минимальную концентра-

цию примесей, а сама деформация должна осуществляться на небольшую степень.

3. Основной метод анализа должен быть максимально чувствительным к концентрации и типу точечных дефектов и позволять его использование начиная с температуры деформации материала.

В холоднодеформированном материале возврат наиболее отчетливо проявляется при нагреве после небольших (докритических) степеней деформации¹.

Значение этих требований хорошо иллюстрируют данные работ [5] и относительно недавно проведенные исследования [6].

На рис. 3.3. и 3.4 приведены некоторые их результаты. На рис. 3.3 показана температурная зависимость изменения калориметрически определенного эффекта тепловыделения ΔH , а также изменения электросопротивления ρ и твердости НВ в процессе возврата в поликристаллическом алюминии чистотой 99,998 %, предварительно деформированном сжатием на 75 % при комнатной температуре. Скорость нагрева составляла 6 °С/мин.

На рис. 3.4 показан возврат калориметрически определенного теплового эффекта в алюминии практически той же чи-

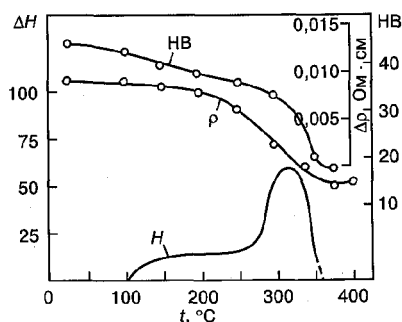


Рис. 3.3. Температурная зависимость тепловыделения H (калориметрия), электросопротивления ρ и твердости НВ в процессе возврата в поликристаллическом алюминии (99,998 %), деформированном сжатием на 7 % при 300 К, скорость нагрева — 6 °С/мин

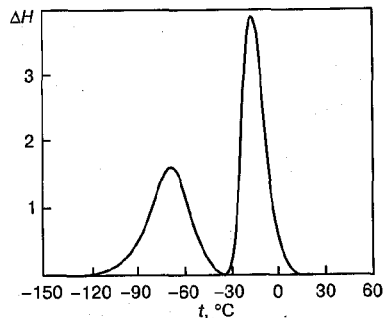


Рис. 3.4. Температурная зависимость тепловыделения ΔH (калориметрия) в процессе нагрева алюминия (99,999 %), пластически деформированного на 7 % при 77 К

¹В металлах с плотно упакованной гексагональной решеткой, в которой деформация легким скольжением осуществляется скольжением в плоскости базиса, деформацию можно проводить на значительные степени.

стоты (99,999 %), пластически деформированном на 7 % при $t = -196^\circ\text{C}$.

В первом случае уровень ρ и НВ даже при температурах выше 0°C достаточно высок и постепенно снижается до температуры начала рекристаллизации ($\sim 300^\circ\text{C}$). Это, по-видимому, связано с наличием повышенной плотности дислокаций и части точечных дефектов, сохранившихся после динамического возврата и их замедленного убывания до начала рекристаллизации и резкого спада с началом рекристаллизации.

То, что основная часть точечных дефектов может устраняться при значительно более низких температурах, подтверждается калориметрическими данными работы [6], приведенными на рис. 3.4.

В отличие от образца, деформированного при комнатной температуре, в образце, деформированном при 77 К первый отчетливый пик, связанный с выделением энергии, зафиксирован при -70°C , когда прямыми методами никаких структурных изменений не было обнаружено (в работе [5] этот пик вообще отсутствует, очевидно вследствие динамического возврата, прошедшего в образце, деформированном при комнатной температуре).

Второй пик при 0°C явно связан с температурой начала рекристаллизации. Сопоставление данных работ [5] и [6] говорит также о том, что резкое снижение температуры деформации в чистом алюминии изменяет и дислокационную структуру, делая ее более склонной к рекристаллизации.

Вместе с тем следует отметить, что многие детали механизма возврата, особенно самых ранних его стадий, остаются неясными из-за экспериментальных трудностей, связанных прежде всего с отсутствием методов прямого наблюдения их поведения, а также из-за резкого и неоднозначного влияния примесей на поведение точечных дефектов, на факторы благоприятствующие и препятствующие аннигиляции вакансий и межузельных атомов, на поведение групп точечных дефектов, в том числе бивакансий, на различия в скорости движения точечных дефектов разного типа и влияния разных скоростей нагрева.

Мнение большинства авторов [3] сходится на том, что атомы примесей, взаимодействуя с вакансиями, замедляют их движение и скорость миграции межузельных атомов больше,

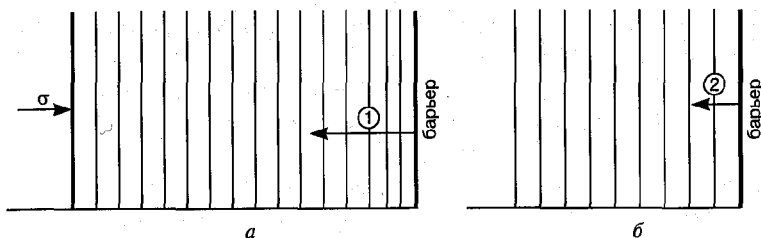


Рис. 3.5. Возврат скольжением вспять дислокаций (б), созданных при деформации на стадии легкого скольжения (а) (схема)

чем вакансий. В этом случае на результат их взаимодействия должна существенно влиять скорость нагрева, но это также изучено недостаточно. Нельзя считать однозначным представление о том, что точечные дефекты не влияют на механические свойства. До сих пор подчеркивалось, что возврат связан только с перемещением и изменением концентрации точечных дефектов. Но с возвратом может быть связан важный случай движения дислокаций, не приводящий к образованию новых границ. Это имеет место для случая легкого скольжения, когда пластическая деформация осуществляется практически в одной системе скольжения до встречи движущихся дислокаций с препятствием (рис. 3.5, а). Плотность дислокаций при этом максимальна у препятствия (1) и уменьшается по мере удаления от него (2). Возникающие при этом напряжения сдвига ниже предела текучести.

При нагреве (возврате) предел текучести материала понижается и напряжения, удерживающие дислокации, оказываются выше предела текучести, тогда начинается движение дислокаций вспять в своих плоскостях скольжения. Расстояние между дислокациями выравнивается (рис. 3.5, б), но новые границы не возникают.

Установлена отличительная особенность кинетики возврата, заключающаяся в том, что процесс не имеет инкубационного периода. Скорость его максимальна в начальный момент ($\tau = 0$), а далее экспоненциально убывает (рис. 3.6).

Эта закономерность характеризуется выражением, описывающим

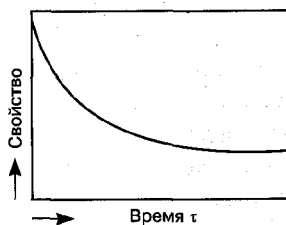


Рис.3.6. Временная зависимость скорости возврата (схема)

низкотемпературный возврат электросопротивления меди и предела текучести:

$$X = 1 - \exp [-k'\tau \exp (-Q/RT)], \quad (3.4)$$

где X — восстановленная доля изучаемого свойства; T и τ — абсолютная температура и длительность нагрева; Q — энергия активации процесса; R — газовая постоянная; k — коэффициент.

В случае изотермического процесса

$$X = 1 - \exp [-k\tau]; \quad (3.5)$$

$$dv/d\tau = k/\tau,$$

т. е. скорость изменения доли свойства, восстановленного на стадии возврата, обратно пропорциональна времени нагрева и имеет наибольшее значение в начале процесса ($\tau = 0$).

В заключение отметим, что полное восстановление свойств на стадии возврата до свойств отожженного металла происходит лишь в тех случаях, когда деформация ограничивалась легким скольжением в одной системе.

3.2. Полигонизация

Полигонизация (для данных условий деформации) — самый низкотемпературный процесс движения и перераспределения дислокаций, сопровождающийся их частичной аннигиляцией и образованием оставшимися дислокациями новых малоугловых границ.

Термин «полигонизация» был впервые введен Орованом [7] и использован Каном для обозначения особой разновидности структурных изменений, наблюдавшихся рядом авторов при дорекристаллизационном нагреве некоторых деформированных металлов и сплавов. Первое упоминание об этих изменениях и их вероятной сути приведено в работе С.Т. Конобеевского и И.И. Мирер. Авторы обнаружили, что радиально вытянутые рефлексы (полосы астеризма) на лауэграммах кристаллов каменной соли, деформированных изгибом, расщепляются в процессе отжига на отдельные рефлексы меньшей протяжен-

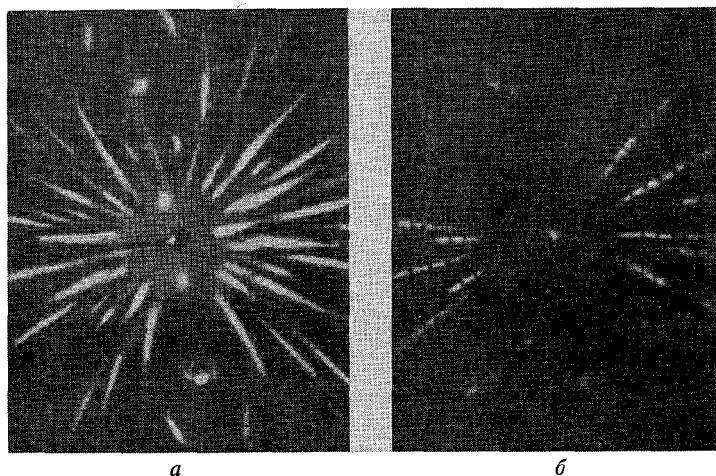


Рис. 3.7. Лауэграммы от изогнутого монокристалла каменной соли до последнего отжига (а) и после отжига (б)

ности (рис. 3.7). Этот эффект был истолкован так, что при отжиге изогнутый кристалл разбивается на серию структурно совершенных блоков, повернутых друг относительно друга на малые углы, но общая разориентировка изогнутого кристалла при этом сохраняется.

Позднее аналогичные эффекты были обнаружены на монокристаллах, а также на крупнозернистых поликристаллах других веществ.

До появления дислокационной теории эффект Конобеевского и Мирер объясняли релаксацией макронапряжений в изогнутом монокристалле при его нагреве, путем пластических сдвигов по определенным атомным плоскостям.

С появлением и развитием теории дислокаций возникли конкретные кристаллографические представления об этом механизме. Впервые они были высказаны Каном и Мотом. При деформации монокристалла изгибом в нем происходит образование краевых дислокаций, соответствующее стадии легкого скольжения. Причем изгиб означает, что число дислокаций разных знаков ($\perp$ и $\top$) неодинаково. В противном случае изгиб кристалла не было бы.

Повышенная энергия изогнутого кристалла связана с собственной упругой энергией дислокаций (*микронапряжения*), а

также с энергией взаимного отталкивания или притяжения дислокаций одного знака, лежащих в параллельных плоскостях скольжения и удаленных на разные расстояния.

При нагреве дислокации разных знаков аннигилируют, оставшиеся дислокации одного знака, ответственные за изгиб кристалла, под влиянием упругого взаимодействия отталкива-

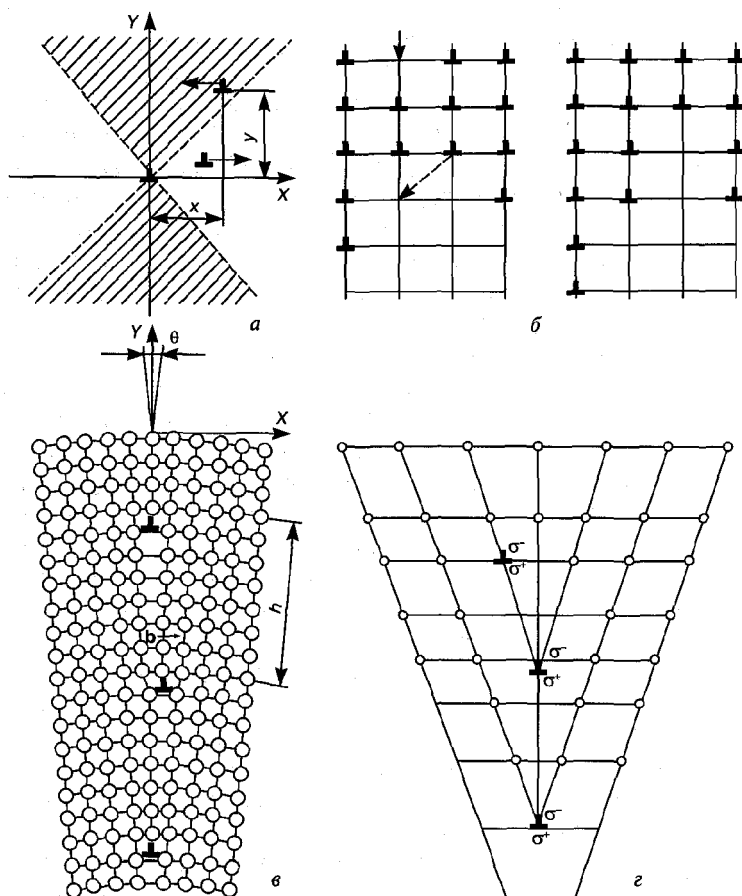


Рис. 3.8. Смещение краевых дислокаций одного знака под влиянием упругого микронапряжения (а) и диффузионного переползания (б) (пунктиром показано направление переползания, слева — расположение дислокаций до переползания, справа — после) с образованием стенки малоугловых границ наклоне (в) и ослаблением упругих напряжений созданных соседними краевыми дислокациями (г) (σ^+ — напряжение растяжения, σ^- — сжатия)

ются или притягиваются, в зависимости от координат взаимного расположения, по уравнению:

$$\tau_{x,y} = \frac{Gb^2}{2\pi(1-\mu)} \frac{x(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2}, \quad (3.6)$$

где G — модуль сдвига, μ — коэффициент Пуассона, x и y — координаты дислокаций (рис. 3.8).

В конечном результате дислокации, расположенные внутри конуса (рис. 3.8, *а*), притягиваются и располагаются в плоскостях, перпендикулярных плоскостям скольжения (*б*), образуя как бы области, разбивающие кристалл на блоки, разориентированные друг относительно друга на небольшие углы θ (*в*). Таким образом, в рассмотренном случае процесс полигонизации при нагреве кристалла, деформированного легким скольжением, связан с перераспределением оставшихся дислокаций одного знака с образованием новых малоугловых дислокационных границ, отсутствовавших до деформации.

Как показали дальнейшие исследования, процесс полигонизации имеет место и при нагреве кристаллов, деформированных на стадии множественного скольжения. Но теперь механизм процесса, как будет показано ниже, принципиально отличается. Поэтому процессы полигонизации при нагреве после деформации легким и множественным скольжением следует обозначать различными терминами.

В случае полигонизации после деформации легким скольжением краевые дислокации одного знака располагаются в новых границах одна над другой. Для этого, помимо скольжения в своих плоскостях, часть дислокаций должна диффузионным путем переходить в соседнюю или соседние параллельные плоскости (рис. 3.8, *б*). При этом образуются малоугловые границы, перпендикулярные плоскостям (рис. 3.8, *в*), в которых шло легкое скольжение. Процесс этот принято называть *диффузионным переползанием*.

Таким образом, этот случай полигонизации связан со скольжением и диффузионным переползанием краевых дислокаций, с образованием новых малоугловых и термически малоподвижных дислокационных границ, разбивающих кристалл на слегка разориентированные блоки, границы которых ориентированы перпендикулярно плоскостям, в которых прошла деформация.

Важной особенностью таких границ является то, что у них слабые упругие поля (дальнодействующие упругие поля у них отсутствуют), и потому они обладают малой способностью притягивать к себе атомы примесей и собственных точечных дефектов, то есть являются слабыми *геттерами*.

Такая особенность рассмотренных малоугловых границ объясняется схемой, показанной на рис. 3.8, г. На нем укрупненно показан небольшой отрезок границы, включающий три соседние дислокации. Видно, что область с упругими напряжениями одного знака, созданная одной дислокацией, соседствует с областью с напряжениями противоположного знака, созданными ближайшей дислокацией. И так вдоль всей границы области σ^+ и σ^- закономерно чередуются, взаимно ослабляя поле напряжений. Это же является и причиной устойчивости таких границ против миграции и, как следует, роста одних блоков за счет других, то есть стабильности структуры, сформировавшейся при полигонизации.

Исходя из этого, полигонизацию, совершающуюся при нагреве после легкого скольжения, целесообразно называть *стабилизирующей полигонизацией*.

Значительно более сложный характер и большее практическое значение имеет полигонизация в материале, деформированном на большую степень деформации множественным скольжением. В этом случае при деформации, путем простого скольжения и диффузионного переползания краевых дислокаций, а также винтовых дислокаций, формируются «ячеистая структура» и объемные дислокационные сплетения («стенки ячеек») толщиной в доли мкм. Движущей силой процесса также является взаимодействие упругих полей дислокаций. Эти «стенки» окружают области («ячейки»), внутри которых в ряде случаев, особенно при наличии дисперсных фаз, содержится некоторая доля одиночных дислокаций и дислокационных сеток (рис. 3.9, 3.10, а).



Рис. 3.9. Ячеистая дислокационная структура в сплаве Ni—Cr ($\times 2500$)

В отличие от границ, формирующихся при стабилизирующей полигонизации, стенки характерны наличием существенных дальнедействующих упругих полей. Отличается и характер структурных изменений, идущих при нагреве, то есть собственно полигонизация. Во-первых, под влиянием упругих напряжений, которые при нагреве превышают предел текучести, и диффузионных процессов трехмерные стенки сплющиваются и превращаются в плоские малоугловые субграницы, а ячейки — в субзерна (рис. 3.10). Одновременно часть дислокаций из объема ячеек, также под влиянием упругих сил, вовлекается в образовавшиеся субграницы. Важно подчеркнуть, что в отличие от стабилизирующей полигонизации, когда субграницы (границы наклона) формируются впервые, субграницы, формирующиеся при нагреве после множественного скольжения, оконтурены уже в деформированном состоянии. Во-вторых, субзерна резко различаются по размерам, кривизне границ и углам в тройных стыках субграниц. Важной особенностью является также то, что при сплющивании трехмерных сеток образуется большая концентрация вакансий (см. гл. 4), а при большой скорости нагрева — даже комплексов точечных дефектов (см. п. 3.3).

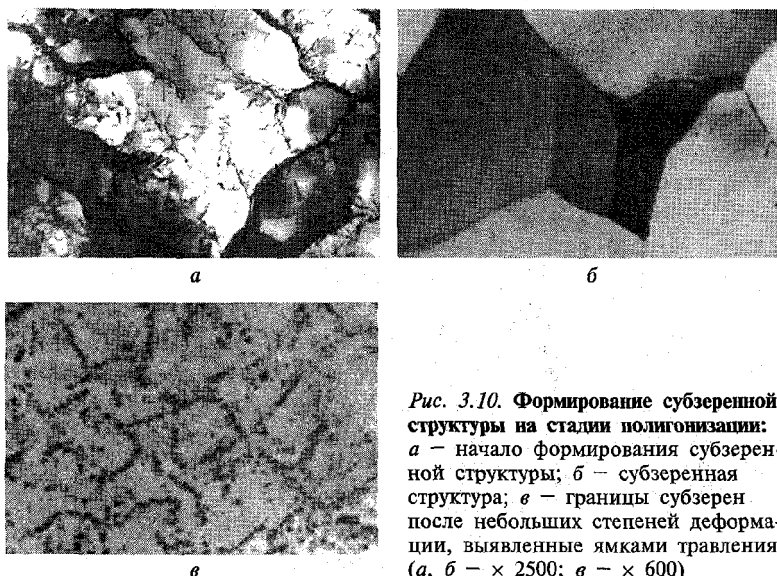


Рис. 3.10. Формирование субзеренной структуры на стадии полигонизации:
а — начало формирования субзеренной структуры; *б* — субзеренная структура; *в* — границы субзерен после небольших степеней деформации, выявленные ямками травления (*а, б* — $\times 2500$; *в* — $\times 600$)

Очень важной особенностью этого случая полигонизации является возможность появления различного характера разориентировок субзерен в разных макрообъемах изделий, вызванного различным характером дислокационной структуры и разориентировок в макрообъемах в деформированном состоянии. Такой случай имеет место в некоторых сплавах на основе железа, например в трансформаторной стали.

В частности, при холодной прокатке в них формируются полосы деформации и переходные полосы (см. гл. 2). Формирующаяся в полосах деформации ячеистая структура, переходящая при нагреве в субзеренную структуру, характерна тем, что ячейки и, соответственно, субзерна в пределах полосы деформации разориентированы друг относительно друга закономерно (хаотично) (см. рис. 2.9, б), в отличие от закономерно разориентированных ячеек (субзерен) в переходных полосах (рис. 2.9, в). В результате алгебраическая сумма разориентировок ячеек (субзерен) всей полосы деформации практически равна нулю. В силу различия в размере происходит рост более крупных субзерен за счет мелких, но среднее значение угла разориентировки между субзернами не возрастает, субграницы остаются малоугловыми.

В зарубежной литературе такой рост субзерен часто называют *рекристаллизацией «in situ»*. Но рекристаллизация обязательно связана с высокоугловыми границами. Поэтому описанный процесс обоснованно именовать *собирательной полигонизацией* вместо «рекристаллизация in situ». В переходных полосах рост субзерен сопровождается увеличением угла разориентировки. После прохождения нескольких субзерен (5–8) субграницы превращаются в высокоугловые, а выросшее субзерно — в зародыш рекристаллизации. Поэтому полигонизацию, аналогичную идущей в переходных полосах, можно назвать *предрекристаллизационной*.

3.3. Формирование центров первичной рекристаллизации

Следующей стадией изменения структуры деформированных металлов и сплавов после предрекристаллизационной полигонизации является формирование центров первичной рекристаллизации. Механизм формирования и роста этих центров (зародышей) является предметом изучения металлофизиками и металловедцами на протяжении многих десятилетий.

В 20-е и 30-е годы прошлого столетия многих привлекало внешнее сходство процессов рекристаллизации и полиморфных превращений. Оба эти процесса шли через образование зародышей новых зерен и их рост. Но скоро стали ясны принципиальные различия между этими процессами.

Во-первых, зародыши рекристаллизации в начальный момент их обнаружения имели размеры, равные (примерно) одному микрону, тогда как зародыши новой фазы при полиморфном превращении имели с первого момента их выявления размеры на порядок меньше.

Во-вторых, было показано, что зародыши рекристаллизации возникают скачкообразно, тогда как зародыши при нормальных полиморфных превращениях формировались диффузионным путем.

Далее малые добавки другого элемента, когда они уменьшают зернограницную энергию, увеличивают скорость полиморфных превращений, тогда как при рекристаллизации они во всех случаях резко ее тормозят.

Кристаллографическая ориентировка зародышей при полиморфных превращениях, всегда формирующихся на поверхностных участках матрицы как на подложке, имеют максимальное сходство с ориентировкой этой подложки и обладают минимальной зернограницной энергией, тогда как зародыши рекристаллизации, возникающие даже на недеформированных участках исходного образца, чаще имеют другую ориентировку.

Наконец, зародыши новой фазы, при аллотропическом превращении имевшие размеры меньше критического всегда термодинамически неустойчивы и при дальнейшем нагреве исчезают, тогда как при рекристаллизации зародыш любого размера всегда остается устойчивым.

Дислокационный механизм формирования зародышей рекристаллизации

Существенный прогресс в теории образования зародышей произошел только с созданием и развитием теории дислокаций. Стало ясно, что формирование зародышей рекристаллизации связано прежде всего с характером дислокационной структуры, созданной при деформации. Бэк и Кан [8] одними из первых предположили, что образование зародышей рекристаллизации связано с перегруппировкой дислокаций, приводящей к полигонизации.

В предыдущем разделе приведены современные данные о полигонизации и предложенная С.С.Гореликом классификация ее разновидностей. Последняя разновидность — предрекристаллизационная, происходит при нагреве металла, деформированного множественным скольжением, и связана с образованием дислокационной ячеистой структуры (см. рис. 3.9, 3.10) под влиянием упругих сил. При этом для того, чтобы ячейки, возникающие на стадии предрекристаллизационной полигонизации, превратились в зародыши рекристаллизации, они должны быть максимально разориентированы относительно окружения. Это создается избытком дислокаций одного знака. Одними из первых, кто обратил внимание на роль избытка дислокаций одного знака в формировании зародышей рекристаллизации были И.Н. Кидин и М.А. Штремель [9]. Для реализации этого условия кроме степени деформации очень важны еще температура и энергия дефектов упаковки ($\gamma_{д.у.}$). Чем больше эта энергия, тем меньше ширина расщепленных дислокаций и тем легче осуществляется локальное сплющивание расщепленной винтовой дислокации, делающее возможным ее поперечное скольжение и превращение размытых стенок ячеек в субграницы, а самих ячеек — в субзерна. Роль $\gamma_{д.у.}$ видна на примере начала первичной рекристаллизации в высокочистых алюминии (99,992) и меди (99,995), которые резко различаются этой энергией (в меди она равна ≈ 40 эрг/см², в алюминии > 200 эрг/см²) и отсюда разной склонностью к поперечному скольжению при деформации и при нагреве (рис. 3.11). Соответственно, множественное скольжение при деформации в алюминии наступает при меньшей степени деформации и идет более круто, чем в меди [10].

Из данных таблицы 3.2 и рис. 3.11 видно, что снижение температуры деформации вызвало значительное упрочнение и снижение температуры начала рекристаллизации. В алюминии этот эффект выражен сильнее, чем в меди.

Снижение твердости в участках меди, не претерпевших рекристаллизации, практически не обнаруживается, тогда как в алюминии разупрочнение весьма существенно и в областях, претерпевших только полигонизацию. Существенно и такое наблюдение: после деформации при температуре 293 К в образцах меди интервал между началом полигонизации и рекристаллизации очень мал (несколько десятков градусов), тогда

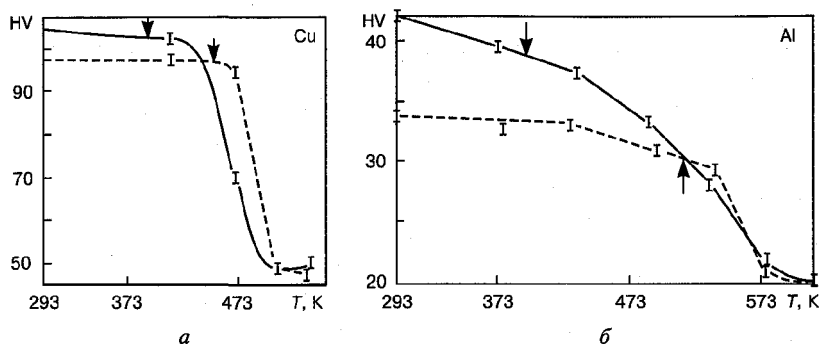


Рис. 3.11. Изменение при нагреве твердости высокочистых меди (а) и алюминия (б), деформированных при комнатной температуре (пунктирные линии) и температуре жидкого азота (сплошные линии). Температуры начала рекристаллизации показаны стрелками

как в алюминии собирательная полигонизация растягивается на большой интервал температур ($> 100^\circ$). Это объясняется исходя из того, что в алюминии поперечное скольжение винтовых дислокаций идет в большем числе плоскостей скольжения, меньше избыток дислокаций одного знака, и потому легче идут динамическая полигонизация и понижение твердости.

Если избыток дислокаций одного знака невелик, то при сплющивании дислокационных сеток образуются лишь малоугловые дислокационные границы. Чтобы образовалась большеугловая граница, что и означает начало рекристаллизации, необходим второй этап предрекристаллизационной полигонизации — рост зародышей. При небольших степенях деформации этот этап может вообще не наступить. Субзерно может вырасти до больших размеров (несколько микронов) так и ос-

Таблица 3.2. Влияние температуры деформации на t_p^H и изменение твердости при нагреве меди и алюминия [113]

Металл	Температура деформации, К	t_p^H , К ($\pm 10^\circ$)	Δt_p^H , К	Твердость при 293 К после деформации, HV	ΔHV , %	Разупрочнение к началу рекристаллизации, %
Cu	72	415	35	105	8	4
	293	450	—	97	—	0
Al	78	390	130	42	25	14
	293	520	—	17	—	28

таваясь окруженным малоугловыми границами. Это, по существу, случай собирательной полигонизации, получивший в литературе, как отмечалось выше, широко используемый термин «рекристаллизация *in situ*».

Рекристаллизация алюминия, деформированного при температуре жидкого азота, когда динамический возврат затруднен, носит промежуточный характер, но по механизму ближе к рекристаллизации меди. Этап собирательной полигонизации в этом случае относительно невелик — снижение твердости начинается при существенно более высокой температуре (см. рис. 3.11 и табл. 3.2).

Эти представления позволяют предсказать, в каких случаях можно ожидать заметной стадии собирательной полигонизации, и понять влияние легирования на температурный уровень рекристаллизации.

Описанные выше эксперименты дают усредненную картину структурных изменений на начальной стадии первичной рекристаллизации и показывают ее связь со структурой, созданной при деформации.

Однако в силу микролокальной неоднородности деформации, описанной в гл. 2, следует ожидать неоднородности также в характере и условиях формирования центров первичной рекристаллизации в различных микрообъемах.

На рис. 3.12 показаны места предпочтительного формирования центров первичной рекристаллизации в холоднокатаной поликристаллической трансформаторной стали. Это области вблизи границ исходных зерен, переходные полосы и области вблизи неметаллических включений. Что касается полос деформации и двойников, то зародыши формируются лишь у их границ, как правило, с внешней для этих областей стороны.

Объяснить это можно исходя из данных [11], в которых было установлено, что способны к быстрому росту только те зародыши в переходных полосах, границы которых обладают разориентировкой относительно окружающей матрицы более чем в $15...20^\circ$.

Для того чтобы субзерно внутри переходной полосы превратилось в центр первичной рекристаллизации, т. е. чтобы его границы стали разориентированными относительно матрицы более чем на $15...20^\circ$, этому субзерну достаточно укрупниться до размера в ≈ 1 мкм, т. е. стать равным по размеру

нескольким (5–8) субзернам. Это же справедливо и в отношении приграничных областей, примыкающих к большеугловым границам исходных зерен и к границам между матрицей с частицами других фаз (межфазных границ).

В отличие от этого, в полосах деформации в описанных экспериментах вследствие особенностей разориентировки (см. гл. 2, рис. 2.2) рост субзерен не приводит к существенному увеличению углов разориентировки и потому ограничивается стадией собирательной полигонизации, возможно за счет коалесценции субзерен из-за рассыпания субграниц с аннигиляцией дислокаций противоположных знаков.

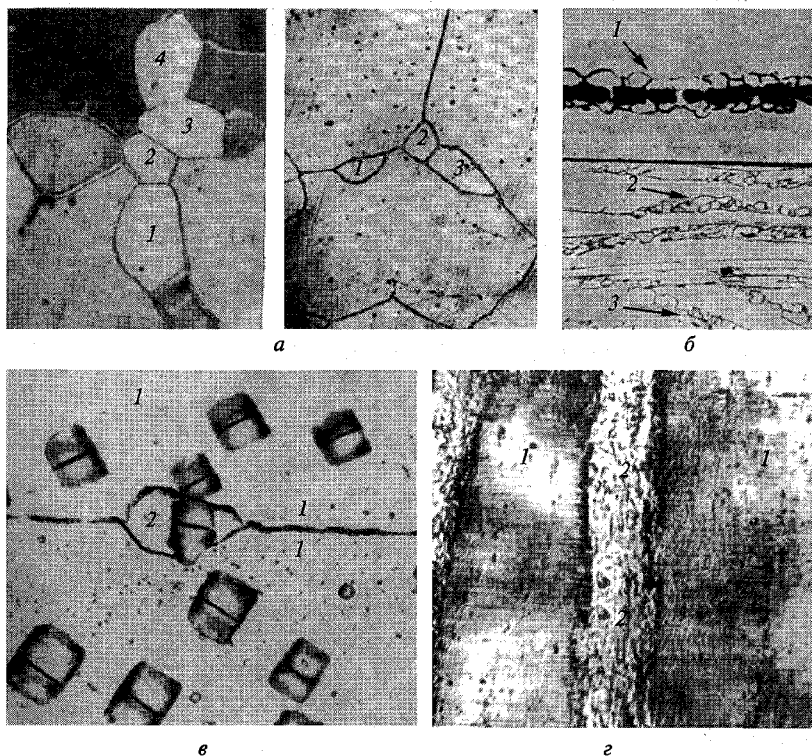


Рис. 3.12. Места предпочтительного образования центров первичной рекристаллизации:

а — у границ зерен; **б** — у неметаллических включений; **в** — в полосах деформации (1) и переходных полосах (2); **г** — образование зародышей рекристаллизации в переходной полосе (2) (В. Новиков), в полосе деформации (1) (**а**, **б** — $\times 400$; **в** — $\times 900$; **г** — $\times 1000$)

В чем же сущность инкубационного периода зародышеобразования? Чтобы стали возможными массовое перераспределение дислокаций в скоплениях и миграция их скольжением, очевидно, необходимо нарушить упругое равновесие дислокационных сеток, что может осуществиться поперечным скольжением и (или) переползанием. Оба эти процесса являются термически активируемыми и составляют сущность инкубационного периода.

Все сказанное справедливо для больших степеней деформации. Если же материал подвергнут малым или средним степеням деформации (в пределах второй стадии упрочнения или только начала третьей), то результат после деформационного нагрева может быть качественно различным в зависимости от температуры нагрева. Изменение температуры нагрева должно приводить к изменению не только количества дефектов, одновременно участвующих в перераспределении, но и вклада разных механизмов движения дислокаций в это перераспределение и, как следствие, к изменению путей (траектории) их перераспределения, т. е. дать качественно иной результат. Приведем для объяснения простой пример.

Допустим, у препятствия образовалось скопление краевых дислокаций. При нагреве на температуру t_1 напряжения недостаточны для сдвигового преодоления этого препятствия, однако имеются условия для диффузионного переползания дислокаций в другие плоскости скольжения. Если время отжига будет достаточным, переползание реализуется и характер поля напряжений изменится.

При нагреве на более высокую температуру t_2 напряжения могут оказаться выше сопротивления сдвигу со стороны препятствия, и дислокации смогут двигаться консервативным (или поперечным) скольжением и переползанием. Поскольку скорость скольжения много больше скорости диффузии, реализуется сдвиг, т. е. результат будет качественно другим.

В работе [10] наблюдали, что в случае малой степени деформации ($\leq 10\ldots 20\%$) исходная плотность дислокаций и избыток дислокаций одного знака относительно невелики, инкубационный период включает уменьшение твердости, ширины линий, микронапряжений. Рост блоков обусловлен миграцией малоугловых границ, в ходе которой они присоединяют к себе новые дислокации, постепенно превращаясь в высоко-

угловые. Эти процессы начинаются при температуре, которая на 30...50 °С ниже температуры рекристаллизации. К началу рекристаллизации рентгенографически выявляемые микронапряжения заметно снижаются.

В образцах, деформированных на 70 %, вплоть до температуры начала рекристаллизации, полигонизация практически не выявляется, особенно в материалах с низкой энергией дефектов упаковки. Первые признаки полигонизации выявляются одновременно с первыми следами начала рекристаллизации. С дальнейшим повышением температуры нагрева деформационные искажения снимаются очень бурно. Таким образом, доля энергии, выделившейся на стадии возврата и полигонизации, растет с уменьшением степени деформации.

С учетом описанных ранее результатов эту закономерность можно объяснить тем, что при относительно низких температурах нагрева после малых степеней деформации идет процесс поперечного скольжения части дислокаций. Это вызывает небольшое нарушение упругого равновесия дислокационных скоплений. Однако абсолютная плотность дислокаций и величина напряжений невелики, и потому не происходит массового перераспределения дислокаций с участием поперечного скольжения и переползания. Эти процессы могут начаться только при более высоких температурах.

При нагреве после больших степеней деформации, когда плотность дислокаций и связанная с ними упругая энергия велики, достаточно небольшого диффузионного нарушения упругого равновесия дислокационных скоплений, чтобы начался интенсивный процесс их перераспределения. Этот процесс приводит к формированию границ зародышей рекристаллизации.

Этот вывод прямо подтверждают результаты изучения кинетики формирования центров первичной рекристаллизации в нитевидных кристаллах меди по данным об изменении внутреннего трения [12] и релаксации напряжений (рис. 3.13).

В работе [12] изучали кинетику релаксации напряжений в процессе выдержки при комнатной температуре в нитевидных кристаллах меди, деформированных сжатием при температуре жидкого азота. Рекристаллизацию изучали по кадровой рентгеновской съемке, продолжительность экспозиции — 10 мин. Первые следы рекристаллизации обнаруживались после выдержки в течение 15...24 ч. Весь процесс первичной рек-

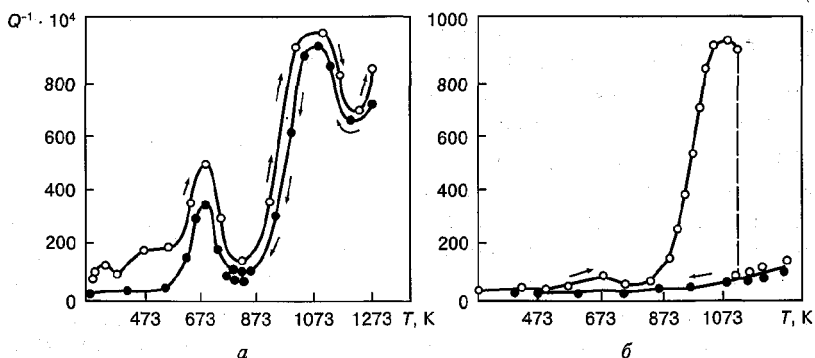


Рис. 3.13. Температурная зависимость внутреннего трения в нитевидных кристаллах меди, деформированных на $\varepsilon < \varepsilon_{кр}$ (а) и $\varepsilon > \varepsilon_{кр}$ (б)

ристаллизации растягивался на несколько суток. Однако каждый отдельный зародыш рекристаллизации появлялся за время, меньшее чем продолжительность экспозиции.

Таким образом, начальная стадия рекристаллизации (зародышеобразование) связана с коллективными, в том числе со сдвиговыми атомными перемещениями. Диффузия одиночных атомов (вакансий) играет вспомогательную роль и создает необходимые условия для массового перераспределения дислокаций.

Различными авторами, как мы уже упоминали ранее, получены данные о том, что стабилизирующая полигонизация не облегчает, а затрудняет или даже делает невозможной последующую рекристаллизацию [13].

Общим для стабилизирующей и предрекристаллизационной полигонизации является то, что оба процесса совершаются перераспределением дислокаций, однако характер перераспределения в этих двух случаях совершенно различен.

В итоге при медленном нагреве после слабой деформации стабилизирующая полигонизация успевает совершиться до предрекристаллизационной, тогда как после сильной деформации предрекристаллизационная полигонизация всегда начинается раньше, и стабилизирующая полигонизация практически вообще не может реализоваться (рис. 3.14).

Отметим еще некоторые особенности зародышеобразования при рекристаллизации.

Обычное понятие о критическом зародыше непригодно для случая рекристаллизации. Зародыш, играющий роль «критичес-

кого», отличается от других областей деформированного кристалла относительно высоким структурным совершенством и наличием границ или локальных участков границы с большими углами разориентировки, способных мигрировать хотя бы в одном направлении в деформированную матрицу со значительно большей скоростью, чем границы или их участки с меньшими углами разориентировки.

Конкретной иллюстрацией таким образом понимаемого зародышеобразования является весьма распространенный случай первичной рекристаллизации миграцией локальных участков границ зерен, вызванной градиентом наклепа (strain induced migration).

Это явление, которое впервые обнаружили Бек и Сперри [14], заключается в том, что при нагреве после относительно небольших степеней деформации некоторые из исходных зерен растут за счет соседей миграцией локальных участков своих большеугловых границ. В результате на мигрирующей границе образуются «выступы», или «языки» (рис. 3.15).

Движущей силой такого процесса является локальная разность плотности дислокаций по обе стороны от границы, созданная неоднородностью деформации. Участок границы, где эта разность максимальна, мигрирует из области с относительно низкой плотностью дислокаций в соседнюю область другого зерна с более высокой плотностью дислокаций. Мигрирующая граница при этом как бы «выметает» дефекты из пройденного ею участка (рис. 3.15, а, б). Объем, окаймленный этим выступом может стать зародышем рекристаллизации. Поскольку собственно образования новой большеугольной границы не было, то имеет место «беззародышевое» начало рекристаллизации — миграцией уже имеющихся участков границ зерен.

По Бейли и Хиршу [15], условием локальной миграции границы является то, что уменьшение объемной энергии за счет «выметания» дефектов должно быть больше увеличения

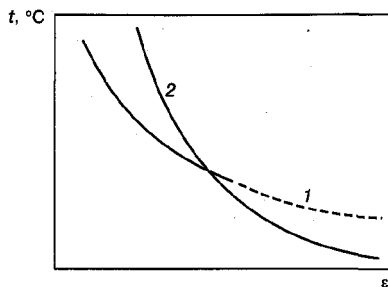


Рис. 3.14. Схема зависимости скорости стабилизирующей (1) и предрекристаллизационной (2) полигонизации от степени деформации

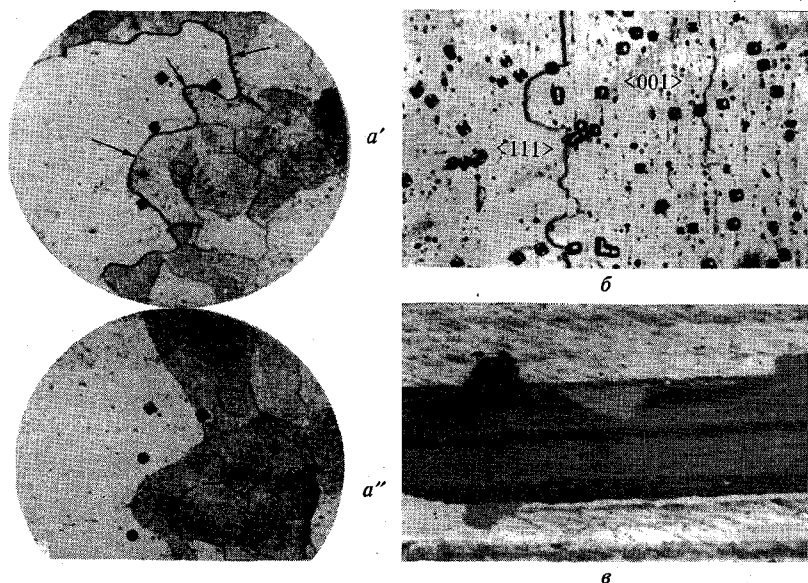


Рис. 3.15. Первичная рекристаллизация образованием выступов на высокоугловой границе между деформированными зернами электролитического железа до (a') и после (a'') переполнровки (деформация 40 %, отжиг 15 ч при 450 °C), в алюминии между разными текстурными компонентами (b , $в$)

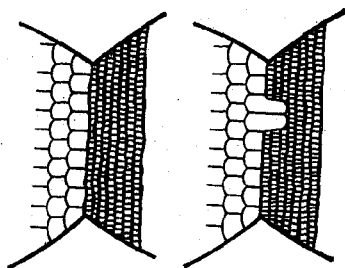
зернограницной энергии, связанного с увеличением протяженности границы при образовании выступа. Это условие может быть записано: $P_{\text{дв.мигр.}} = [\Delta E_{\text{деф}} - \gamma_{\text{гр}} dS/dV] > 0$, где $\Delta E_{\text{деф}}$ — разница в накопленной энергии деформации по обе стороны от границы; $\gamma_{\text{гр}}$ — удельная зернограницная энергия; dS/dV — скорость увеличения площади границы с увеличением объема выступа.

Оценка критической (минимальной) длины участка границы, на которой образование выступа становится энергетически выгодным для средних степеней деформации (10...30 %), дает величину $\sim 10^{-4}$ см.

На рис. 3.16 показана предложенная Бекком схема миграции локального участка границы зерна, вызванной наклепом.

Протяженность границ ячеек характеризует объемную энергию (плотность дислокаций) зерен. Чем меньше размеры ячеек, тем больше объемная энергия зерен. На рис. 3.16 видна связь протяженности выступа с размерами ячеек в растущем, менее искаженном зерне.

Рис. 3.16. Модель миграции границ, вызванная разностью размеров субзерен:
слева — структура до миграции;
справа — после начала миграции



Необходимый градиент объемной энергии может быть получен и при небольшой разнице в размерах ячеистой структуры (плотности дислокаций) по обе стороны от границы. Так, если размеры ячеек одинаковы, но стабильность стенок ячеек и соответственно склонность к коалесценции по обе стороны от большеугловой границы различны, то необходимая разница в объемной энергии может образоваться в процессе нагрева за счет коалесценции группы ячеек по одну сторону от границы. На рис. 3.17 приведена схема такого процесса, предложенная Руумом [16].

Образование выступов нарушает уравнишенность зернограницной энергии в стыках. Поэтому миграция, носящая вначале локальный характер, может в ходе дальнейшего нагрева под влиянием стремления к уравнишению этой энергии вызвать серьезную перестройку всей системы границ зерен, а при определенных условиях привести и к резкому укрупнению зерен.

С увеличением степени деформации роль рекристаллизации миграцией границ исходных зерен уменьшается.

Во все большем числе работ [17–20] приводятся данные о прямом наблюдении образования центров рекристаллизации коалесценцией субзерен. Коалесценцию наблюдали в молибдене, алюминии, вольфраме, ванадии, никеле, сплавах Fe–Si, Al–Zn–Mg и др.

Важным наблюдением является то, что коалесценция, как правило, охватывает не пару субзерен, а группу, состоящую из нескольких (3–5) субзерен.

Непрерывное наблюдение структурных изменений при отжиге алюминия, проведенное с помощью высоковольтного микроскопа, показало, что коалесценция, определяемая термической нестабильностью субграниц, зависит от плотности дис-

локаций в них. Субграницы с малой плотностью дислокаций распадаются, а с большой плотностью мигрируют, быстро превращаясь в большеугловые. Аналогичные наблюдения получены на ванадии [19].

Рассыпание стенок чаще всего начинается с периферийных участков, примыкающих к субгранице, окаймляющей всю группу коалесцирующих ячеек (см. рис. 3.17).

Детали механизма коалесценции могут, видимо, различаться в большой степени даже в одном и том же образце в зависимости от локальных особенностей дислокационной структуры. Возможны, в частности, такие случаи.

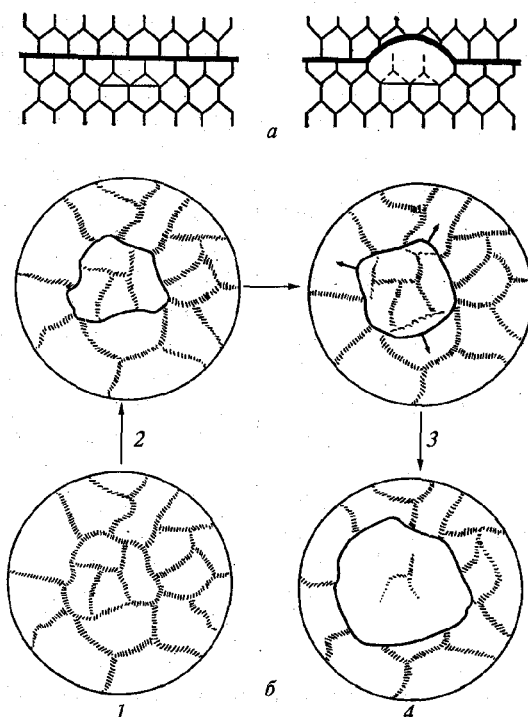


Рис 3.17. Две схемы коалесценции субзерен, приводящей к образованию центров первичной рекристаллизации:
a — коалесценция группы субзерен, прилегающих к исходной высокоугловой границе, создающая движущую силу для образования выступа в соседнее зерно с малыми размерами субзерен; ***б*** — рассасывание дислокационных стенок внутри коалесцирующей группы, создающее условия для миграции границы образовавшегося крупного субзерна

1. Коалесценция происходит внутри определенной области, внешняя граница которой вначале не движется. Миграция этой границы может начаться только после того, как дислокации внутри этой области оттягиваются в границу, в итоге объемная энергия области станет меньше, чем в окружающем материале, и граница начнет мигрировать в сторону наклепанной матрицы.

Очевидно, вследствие неоднородных условий деформации сплющивание стенок ячеек протекает также неоднородно. Раньше других сплющиваются стенки, отличающиеся наиболее сильными полями напряжений. Ими могут оказаться стенки, окаймляющие группы субзерен. Субграницы, возникшие при сплющивании раньше других, могут оттягивать на себя дислокации из ближайших неустойчивых стенок ячеек, еще не претерпевших сплющивания.

2. Вначале идет миграция субграницы области, окаймляющей группу ячеек (субзерен), или какого-то участка такой субграницы; в результате субграница отрывается от примыкающих к ней стенок ячеек. Коалесценция ячеек (субзерен) внутри этой области начинается после того, как в результате отрыва субграницы нарушается равновесие напряжений в стенках. Это и создает условия для рассыпания стенок и ухода дислокаций в субграницу области.

3. Коалесценция ячеек (субзерен) внутри области и миграция внешней границы области или ее локального участка происходят одновременно. Этот случай, видимо, встречается наиболее часто.

Ясно, что коалесценция может происходить в тех случаях, когда стенки ячеек, образовавшиеся при деформации, неустойчивы и когда превалирует взаимодействие (притяжение) между дислокациями и полями напряжений, внешними по отношению к данной стенке.

Коалесценция чаще наблюдается в условиях нагрева после деформации при повышенных температурах, чем после холодной деформации [21], а также в локальных участках, где скольжение было более сложным по характеру. Этому процессу благоприятствует повышенная энергия дефектов упаковки, облегающая поперечное скольжение.

Библиографический список к главе 3

1. Современная кристаллография: Энциклопедия. Т. 2. — М.: Наука, 1979. — 299 с.
2. Штремель М.А. Прочность сплавов: Ч. 2. — М.: МИСиС, 1997. — 526 с.
3. Ван-Бюрен. Дефекты в кристаллах: Пер. с англ. — М.: Иностранная литература, 1962. — 582 с.
4. Научные школы МИСиС (75 лет) // Горелик С.С. — М.: МИСиС, 1997. — 627 с.
5. Clareborough L.M. et al. Recovery and Recrystallization of Metals / Ed. Himmel. — Interscience, 1963. — 43 p.
6. Schmidt J., Hasner F. // Z. Phys. B. Condensed matter. 1990. — 215 с.
7. Хиббард У.С., Данин К.Дж. // Ползучесть и возврат: Пер. с англ. — М.: Металлургия, 1961. — С. 62–91.
8. Кан Р. Физическое металловедение: Пер. с англ. Т. 3. — М.: Мир, 1968. — 484 с.
9. Кидин И.Н., Штремель М.А. Кристаллография. — М.: Металлургия, 1962. — Т. 7, № 6. — С. 899–902.
10. Горелик С.С., Бублик В.Т. // ФММ. 1964. — Т. 18, вып. 1. — 162 с.
11. Doherty R.D., Cahn R.W. // Less-Common Metals. 1972. — V. 28, № 2. — Р. 279–296.
12. Горелик С.С., Беликов А.М. и др. // ФММ. 1972. — Т. 34, вып. 4. — С. 872–875.
13. Монтьюзель // Физические и химические свойства металлов высокой чистоты: Пер. с фр. — М.: Металлургиздат, 1964. — С. 223–245.
14. Горелик С.С. Итоги науки и техники // Металловедение и термическая обработка. — М.: ВИНТИ, 1972. — Т. 6. — С. 5–44.
15. Бэйли Дж.Е. Электронная микроскопия и прочность металлических кристаллов: Пер. с англ. — М.: Металлургия, 1968. — 321 с.
16. Ryum N. // Acta Metal. 1969. — V. 17, № 7. — Р. 831–837.
17. Засимчук У.Э., Максименко Е.А. Металлофизика: Вып. 31. — Киев: Наукова думка, 1970. — С. 66–70.
18. Ястребков А.А., Оплеснин Б.А. и др. // ФММ. 1971. — Т. 31, вып. 4. — С. 843–844.
19. Cuttman V. // Metal. 1969. — V. 28, № 12. — Р. 1277–1284.
20. Fujuta Hirochi. // J. Phys. Soc. Japan. 1969. — V. 26, № 6. — Р. 1437–1445.
21. Balluffi R.W., Wyoenaue G.R. et al. // Nature and Behav Grain. Boundar Detroit. Michigan. 1972. — Р. 41–69.

Глава 4

РОСТ ЗЕРЕН НА РАЗНЫХ СТАДИЯХ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

4.1. Атомное строение границ зерен и механизм их миграции

С момента образования зародышей первичной рекристаллизации, отделенных от матрицы высокоугловыми границами, дальнейшие структурные изменения при продолжении нагрева связаны с миграцией высокоугловых границ зародышей и зерен. Представления отдельных авторов об укрупнении зерен путем коалесценции ошибочны [1]. Основанием для такого заключения послужило наблюдающееся в сплавах с большим количеством дисперсных фаз после нагрева и начала растворения этих фаз появление якобы оборванных высокоугловых границ зерен (рис. 4.1). При этом применялись обычные методы травления.

После применения специальных методов травления [2] было установлено, что никаких оборванных границ нет. Место обрыва исходной высокоугловой границы всегда оказывается местом стыка трех границ — одной исходной высокоугловой, легко выявляемой обычным травлением, и двух малоугловых границ, выявляемых только специальным травлением. Как правило, это прямолинейные границы, свободные от дисперсных фаз, т. е. границы с плоскими геттерирующими свойствами (со слабыми упругими полями), очень близкими к двойниковым (рис. 4.2).

Рассмотрим современные представления об атомной структуре границ зерен в металлах.

Границы представляют собой поверхности контакта различных ориентированных областей кристаллической решетки (зерен) одной и той же фазы. Если углы разориентировок невелики ($5...10^\circ$), то границы называют *малоугловыми* или *субграницами*. Они окаймляют субзерна. Такие границы возможны и

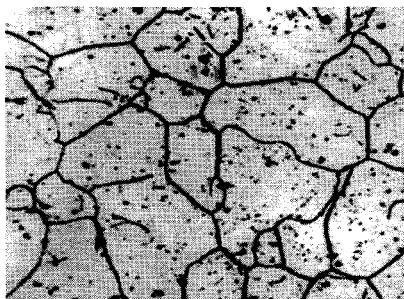


Рис. 4.1. Оборванные границы зерен (травление HNO_3)

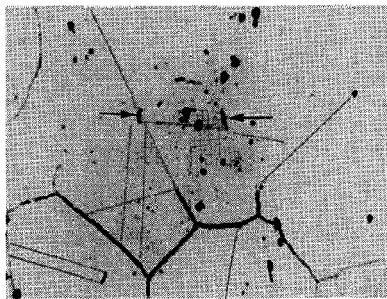


Рис. 4.2. Стык одной оборванной высокоугловой границы и двух малоугловых (двойниковых) границ

в монокристаллах, и внутри зерен поликристаллов. Если же углы превышают $\sim 10^\circ$, то границы называют *высокоугловыми*. Они имеют место только в поликристаллах. *Наличие высокоугловых границ — основной признак поликристаллов.*

Малоугловые границы в простейшем случае имеют отчетливое дислокационное строение. Самый простой тип таких границ — границы наклона. Они состоят из краевых дислокаций одного знака, лежащих в параллельных плоскостях. Угол разориентировки θ , среднее расстояние между соседними дислокациями h , их векторы Бюргерса B в такой границе связаны зависимостью:

$$B/h = 2 \sin \theta/2. \quad (4.1)$$

Высокоугловые границы первоначально рассматривались как аморфные прослойки. По современным представлениям [4, 5], основанным на учении о дислокациях, они обладают определенным кристаллическим строением, отличающимся от строения идеальной решетки, но несут на себе их следы.

Строение высокоугловых границ зависит от атомной структуры граничащих зерен и углов разориентировки между ними. Об этом свидетельствует немонотонная зависимость ряда свойств таких границ от углов разориентировки, разная для различной структуры граничащих зерен: подвижность границ; скорость граничной диффузии (рис. 4.3) и др. Это подтверждают данные, приведенные на рис. 4.4, показывающие зависимость энергии активации миграции и подвижности границ наклона в алюминии [6] от угла разориентировки вокруг $\langle 100 \rangle$.

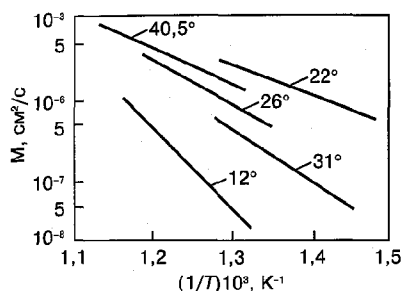


Рис. 4.3. Температурная зависимость подвижности границ наклона в алюминии для разных углов разворота вокруг $\langle 100 \rangle$

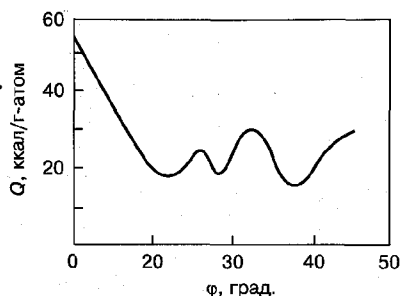


Рис. 4.4. Ориентационная зависимость энергии активации миграции границ наклона в алюминии вокруг $\langle 100 \rangle$

Оказалось, что разориентировки, отвечающие минимуму энергии и экстремальному значению ряда свойств приходится на такое положение, когда часть атомов в высокоугловой границе занимает позиции, общие для обеих соседних решеток (рис. 4.5). В этом случае такие границы обладают минимальной подвижностью [7]. Такие границы получили название «специальные», а остальные — «случайные».

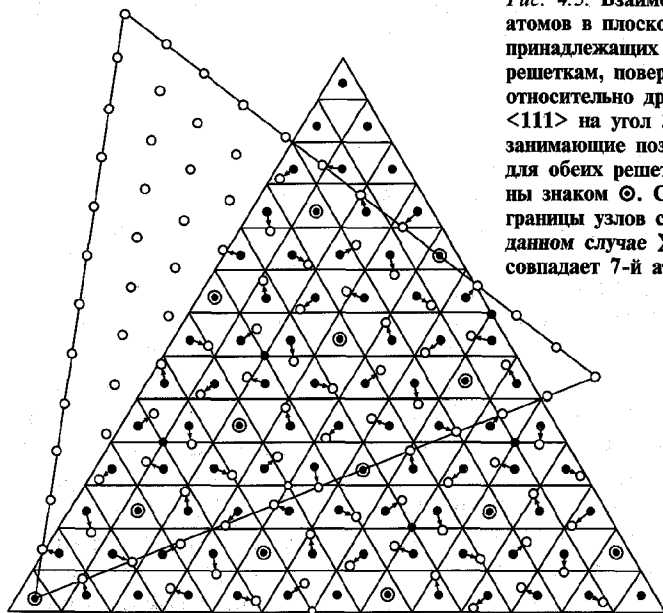


Рис. 4.5. Взаиморасположение атомов в плоскостях $\{111\}$, принадлежащих двум г.ц.к. решеткам, повернутым друг относительно друга вокруг $\langle 111 \rangle$ на угол $38,2^\circ$. Атомы, занимающие позиции общие для обеих решеток, обозначены знаком $\odot$. Символ границы узлов совпадения в данном случае $\Sigma 7$ (т. е. совпадает 7-й атом)

Решетку, узлы которой занимают совпадающие атомы обеих соседних решеток, назвали *решеткой совпадающих узлов* (PCY) [6]. Ее элементарная ячейка отличается от элементарной ячейки исходных решеток.

Долю совпадающих узлов принято обозначать символом Σn , который называют *обратной плотностью совпадающих узлов*. Этим символом обозначают и границу. Чем меньше Σn , тем больше доля узлов, занимающих общие позиции. Так, $\Sigma 17$ и $\Sigma 3$ означает, что общие позиции занимает каждый семнадцатый и каждый третий узел соответственно. Ясно, что чем меньше Σn , тем меньше зернограничная энергия, подвижность границ (скорость миграции), скорость диффузии и тем слабее ее декорирующие свойства. Для сравнения на рис. 4.6 показана высокоугловая (случайная) граница в сплаве на основе никеля, обладающая сильными дальнедействующими упругими полями, декорированная примесными атмосферами, состоящими из фоновых примесей и высокодисперсных фаз.

Специальными границами с минимальным значением Σn и минимальной энергией являются *когерентные двойниковые границы* (рис. 4.7). Они вносят важный вклад в тормозящую силу роста зерен при рекристаллизации, уменьшая энергию системы уменьшением доли зерен с высокоугловыми границами.

Многочисленными исследованиями установлено, что на фронте мигрирующей высокоугловой границы в процессе рекристаллизации некоторых металлов образуются и растут или исчезают двойники отжига, окаймленные двойниковыми гра-

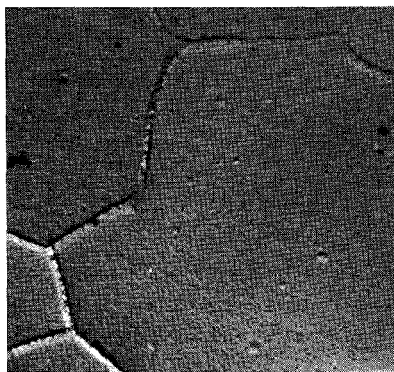


Рис. 4.6. Высокоугловая граница как хороший геттер



Рис. 4.7. Двойники отжига в кремнии

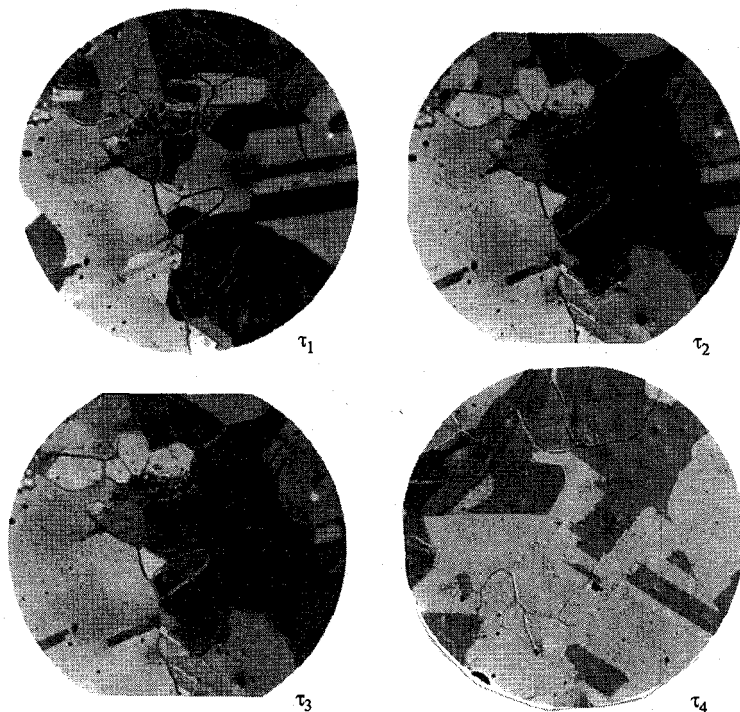


Рис. 4.8. Рост и исчезновение двойников, их изменение во времени в процессе отжига ($\tau_1 < \tau_2 < \tau_3 < \tau_4$)

ницами (рис. 4.8). Позднее выяснилось, что общей особенностью этих металлов и сплавов является низкая энергия дефектов упаковки (медь, свинец, сплавы $\text{Ni} + \text{Cr}$, кремний и др.). Когерентные границы этих двойников обладают энергией намного меньшей, чем энергия высокоугловых границ (десятки вместо сотен эрг/см²), и практически являются неподвижными. Близкими по энергии к когерентным двойниковым границам являются границы с малыми значениями Σn .

При определенных значениях Σn , как уже отмечалось, многие свойства приобретают экстремальные значения. Исходя из этого, следовало ожидать, что при небольших отклонениях от этих углов указанные свойства должны резко измениться. Однако экспериментальные данные говорят о том, что при отклонениях разориентировок от идеальных свойства меняются не резко, а плавно.

В связи с необходимостью объяснения этого явления возникли представления о том, что границы вблизи РСУ имеют сложное периодическое строение [4]. Они состоят из *сегментов повторяемости* (рис. 4.9, а). Чем меньше размеры сегментов (меньше число образующих их атомов), тем меньше энергия этих участков границ. Развивая эту модель, возникли представления о том, что граница может включать в себя несколько типов чередующихся сегментов повторяемости (рис. 4.9, б).

Как показано на рис. 4.10, при столкновении границ растущих зерен, особенно зародышей рекристаллизации, в границах могут возникать вакансии (рис. 4.10, а), а также дислокации (зернограничные дислокации ЗГД) (рис. 4.10, б). Такие

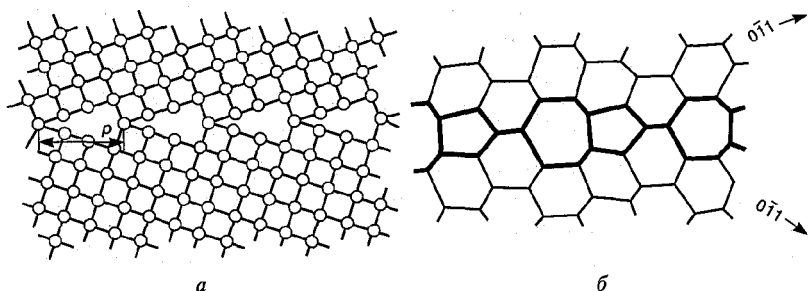


Рис. 4.9. Схема специальных границ с элементами повторяемости одного (а) и двух (б) типов

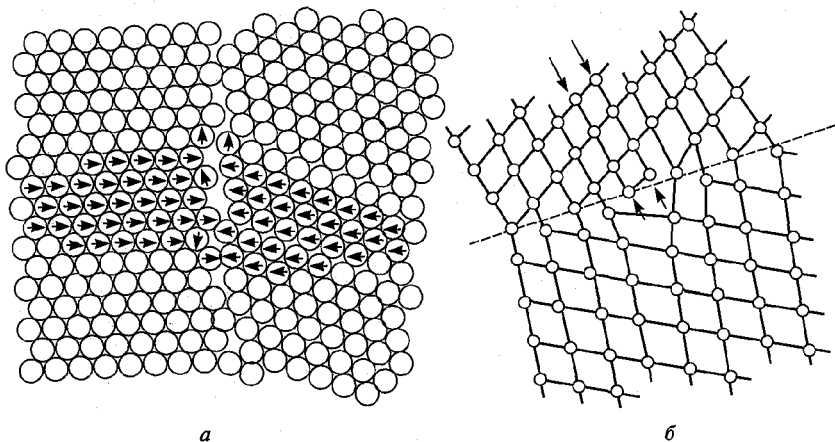


Рис. 4.10. Образование вакансий (а) и дислокаций (б) при столкновении границ

дислокации, как правило, не обладают дальнедействующими упругими полями. У специальных границ также возможны структурные несовершенства. Это так называемые *фасетки* (рис. 4.11). Граница в этом случае — изломанная и состоит из отдельных участков хорошего сопряжения и фасеток (участки с малой энергией, возникшие в силу ряда причин и способствующие переходу границы в параллельную плоскость хорошего сопряжения).

Энергия специальной границы, несколько отклоненной от идеального положения, может быть снижена за счет фасеток с малой энергией.

Очень часто встречающимся элементом микроструктуры, формирующейся при рекристаллизационном отжиге реальных сплавов, являются двойники отжига (см. рис. 4.7, 4.8). Они внешне по форме границ, а отчасти и по движущим силам идентичны двойникам деформации, но принципиально отличаются от них. Общим для них является то, что они образуются под влиянием локальных упругих напряжений, но в случае деформации эти упругие макронапряжения, возникающие под влиянием внешних деформирующих сил в отдельных зернах, проходят через все зерно, тогда как двойники отжига возникают и обрываются, как правило, внутри зерен под влиянием локальных микронапряжений, вызываемых при особых условиях двойникующими дислокациями (см. гл. 2). Скорость миграции этих торцевых дислокаций очень высока, она связана со структурой и с тем, что двойники отжига возникают и мигрируют при высоких температурах ($\geq 0,5 T_{пл}$). Далее пе-

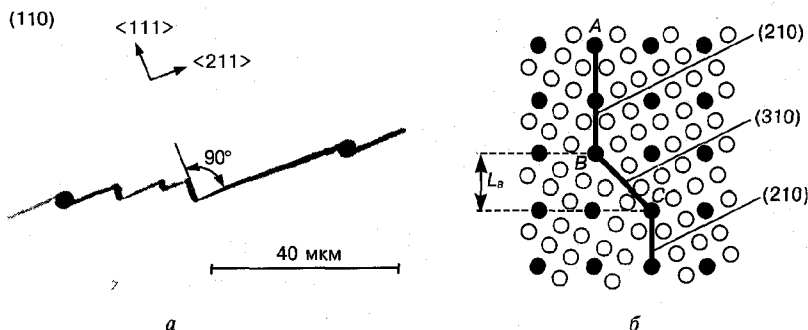


Рис. 4.11. Схема фасеточной границы (а) и образование фасеточного участка (б)

речислены важные особенности возникновения двойников отжига:

1. Двойники отжига возникают, как правило, в металлах и сплавах с малой энергией дефектов упаковки, а значит, и двойниковых границ, энергия которых $E_d \approx 0,5 E_{\text{деф.упак}}$ (см. гл. 2) (в меди, никеле, многих переходных металлах и сплавах на их основе, кремнии). Образование, форма, ширина и длина двойников отжига в металлах крайне чувствительны к изменениям микроструктуры при нагреве. Часто двойники отжига исчезают в ходе дальнейшего нагрева миграцией вспять торцевых границ или возникают в других зернах. Примеры приведены на рис. 4.8.

2. Двойники отжига возникают в сплавах, содержащих дисперсные фазы, когда при повышении температуры начинается частичное растворение этих фаз. Ф.К. Ткаченко, М.И. Виноград и др. наблюдали образование «оборванных» границ и двойников отжига в сталях только в определенном интервале температур нагрева. При нагреве на более высокие температуры, когда начинается интенсивное растворение дисперсных частиц, структура укрупнялась миграцией границ. При промежуточных температурах наблюдались оба механизма.

3. Двойники отжига (как и деформационные двойники) никогда не возникают, не расширяются и не сужаются, не устраняются движением своих прямолинейных когерентных границ, окруженных очень слабыми упругими полями, а возникают за счет движения торцевых двойникующих дислокаций. То, что двойниковые когерентные границы обладают слабыми упругими полями в отличие от торцевых двойникующих дислокаций, убедительно подтверждается следующим фактом. Двойниковые границы никогда не играют роль геттеров. Они никогда не декорируются примесями и плохо травятся, тогда как торцевые границы двойников отжига по мере их движения содержат все большее количество примесей и травятся примерно так же, как и высокоугловые границы (см. стрелки на рис. 4.12).

На рис. 4.6 показана хорошо травящаяся высокоугловая граница, заполненная геттерированными примесями, а на рис. 4.12 — аналогично заполненные торцевые границы двойников. Растворение дисперсных фаз идет неоднородно, как и предшествовавший ему распад пересыщенного раствора. В участках высокоугловой границы, где это растворение по разным

причинам начинается раньше, неизбежно возникают оборванные высокоугловые границы. Точнее, образуется стык двух высокоугловых границ и одной малоугловой или двойниковой границы; в ряде случаев может образоваться тройной стык из одной высокоугловой и двух малоугловых границ (рис. 4.2, 4.13) с разными углами в тройном стыке. Реализуется это в результате самоорганизации — по мере растворения декорирующих примесей и миграции укороченной оборванной высокоугловой границы. В какой-то момент времени могут создаваться кристаллографические условия для образования тройных стыков с участием дислокации типа двойникоующих или малоугловых границ, движение которых приводит к образованию двух новых границ, вместо недекорированной примесями высокоугловой. Сумма энергий этих двух границ меньше энергии исчезающей высокоугловой границы (см. рис. 4.2). Вероятность этого должна быть тем большей, чем меньше: величина

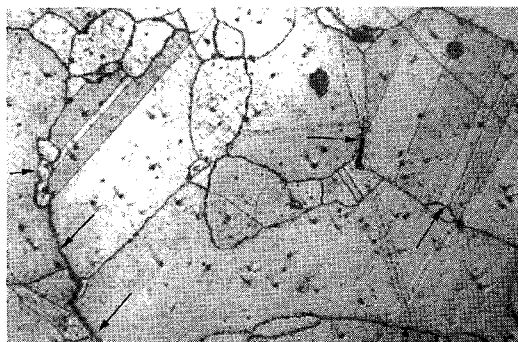


Рис. 4.12. Торцевые границы двойников, обладающие геттерирующими свойствами (показано стрелками)

a



на зерен, энергия этих вновь возникших границ и энергия дефектов упаковки основного металла (сплава). На то, что эти новые границы являются двойниковыми, указывает очень большая скорость их миграции и то, что они плохо выявляются травлением и не проявляют геттерирующих свойств, то есть не обладают сильными полями упругих напряжений. Но если по каким-то причинам движение замедляется или приостанавливается, то даже при слабом поле упругих напряжений в торце двойника геттерирующие свойства проявятся. В случае, когда торцевая граница не обладает примесной атмосферой, она мигрирует с большей скоростью и может привести к образованию крупного зерна (см. зерно *A* на рис. 4.12, б). На торцевых границах осядут примеси и их травимость станет близкой к травимости высокоугловых границ (см. стрелку на рис. 4.13). Выше был описан случай, когда в месте обрыва высокоугловой границы возникает тройной стык — одной оборванной высокоугловой границы и двух малоугловых. Но возможен также случай, когда при локальном растворении дисперсных фаз возникает фасетка в виде участка L_v высокоугловой границы, соединяющей оборванные концы (см. схему на рис. 4.11, б).

В работе [3] был детально исследован механизм укрупнения зерен в сплаве на никелевой основе (15 Cr; 1,2 Ti; 2,1 Al; 3,8 Mo; 5,0 W; 0,8 Fe, 0,14 % C). Наряду с обычными металлографическими методами были использованы:

— термическое травление в вакууме при отжигах в интервале 1210...1250 °C, что позволяло одновременно видеть положение границы до и после отжига;

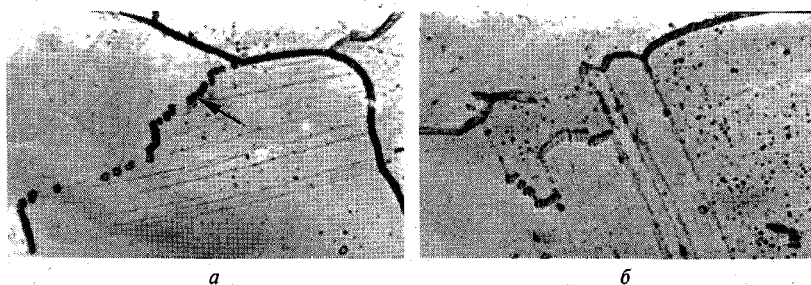


Рис. 4.13. Локальное растворение дисперсных фаз на случайной высокоугловой границе (а) и образование тройного стыка двух высокоугловых и малоугловой границ (б)

— нанесение на образец с помощью реактива Садовского оксидной пленки, обладающей поляризационным контрастом, для качественной оценки разориентировки и выявления деталей микроструктуры;

— топографический рентгеновский метод съемки по Шульцу для оценки совершенства и особенностей структуры аномально крупных зерен.

Образцы для исследования перед окончательным отжигом, который проводили при 1210...1250 °С (от 5 мин до 10 ч), деформировали растяжением на 1,0...1,2 %.

На рис. 4.14 показано крупное рекристаллизованное зерно, увиденное в обычном оптическом микроскопе, выросшее в мелкозернистой матрице после отжига до 1230 °С, при котором прошло вакуумное травление. Было выявлено несколько оборванных границ. Затем на образец была нанесена оксидная пленка без промежуточного полирования и проведено исследование в поляризованном свете (рис. 4.14, б).

Поляризационный контраст показал совершенно иное очертание растущего зерна. Светлая, однотонно окрашенная область является одним зерном с ориентировкой (111). Видимая в поляризованном свете внутренняя структура аномально крупного зерна (с правой стороны) оказалась связанной с декорированием уже исчезнувших границ исходных зерен частицами избыточных фаз. Переполировка шлифа и повторное слабое травление привели к исчезновению старых границ внутри выросшего зерна.

Последующее травление в реактиве Садовского (рис. 4.14, в) более четко выявило границу растущего зерна и его внутреннюю структуру. Важной особенностью структуры, видимой в поляризованном свете, явилось наличие большого числа когерентных двойниковых границ. То, что эти границы не видны при обычной металлографии, связано, видимо, с их низкой энергией и слабой травимостью по сравнению с большеугловыми границами (см. рис. 4.1 и 4.2).

Поляризационный контраст дал возможность установить, что границ, обрывающихся в объеме зерна, не существует. Место обрыва границы, выявляемое в обычном свете, в действительности всегда представляет собой место стыка трех или двух границ — оборванной большеугловой и двойниковых, которые (см. рис. 4.13, а, б) не обнаруживаются при обычном травлении из-за того, что они не декорируются дисперсными фазами.

С повышением температуры и увеличением продолжительности отжига при использовании обычной микроскопии действительно наблюдается «растворение» границ зерен, когда граница становится прерывистой и исчезает. Однако это явление кажущееся. На самом деле происходит неравномерное растворение частиц избыточных фаз, выделившихся по границам зерен и декорирующих их. Различная ориентировка фигур травления подтверждает сохранение разориентировки между зернами.

Субструктура, повторяющая контуры исходных зерен (см. рис. 4.13, б), связана с декорирующим действием частиц избыточных фаз. Во время отжига при 1210...1250 °С большинство дисперсных карбидных и карбонитридных частиц интен-

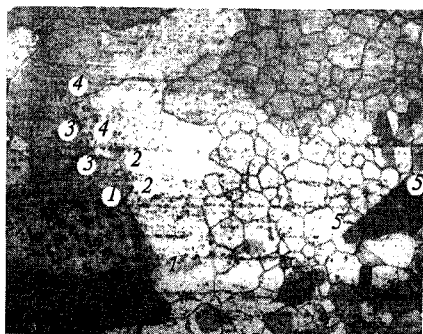
сивно растворяется. Однако полного выравнивания состава в объеме всего зерна не происходит. Пересыщенные раствора вблизи границ и сохранение части нерастворившихся фаз на местах



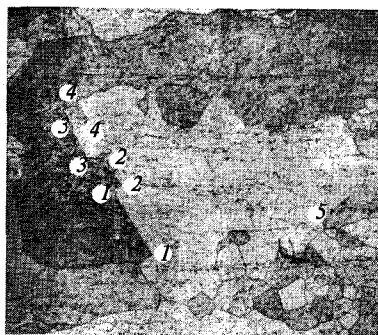
a

Рис. 4.14. Образование и рост двойников отжига в сплаве ХН70ВМОТ (цифрами и буквами на структурах обозначены одни и те же участки):

a — световая микроскопия, обычное травление; *б* — после полировки; *в* — после полировки и травления в реактиве Садовского



б



в

прежних границ зерен приводят к тому, что при охлаждении в этих участках идет преимущественно выпадение дисперсных фаз, что и декорирует старое положение границы. Переполировка шлифа и повторное слабое травление уничтожают следы старых границ зерен.

Рентгенографическое исследование по методу Шульца подтвердило наличие в выросших зернах крупных субзерен с границами двух типов — дислокационных и случайных — высокоугловых.

Таким образом, формирование аномально крупных зерен при рекристаллизации после критической степени деформации в сплаве ХН70ВМОТ в действительности реализуется миграцией границ зерен, причем, что особенно важно, в основном миграцией торцов двойников границ, формирующихся в ходе самого процесса.

Это своеобразие обусловлено, по-видимому, тем, что рекристаллизация протекает в условиях, когда, несмотря на высокую температуру нагрева, нормальная миграция границ невозможна из-за барьерного действия большого количества труднорастворимых частиц дисперсных фаз.

В таких условиях частичное уменьшение энергии границ может быть достигнуто миграцией новой торцевой высокоугловой границы.

Процессы полигонизации и рекристаллизации осуществляются движением дислокаций и диффузией одиночных атомов и их групп. Даже простейший случай образования границ наклона при полигонизации реализуется наложением и взаимовлиянием скольжения дислокаций одного знака и диффузионным переползанием дислокаций. Аналогичное наложение двух этих процессов должно иметь место при более сложных процессах образования ячеистой структуры, субграниц и вовлечения в них дислокаций из объема субзерен под влиянием упругих полей, образовании и миграции разного типа границ зерен. Появление вакансий при сплющивании стенок ячеек (см. ниже) и миграции границ зерен должно вызывать диффузионные процессы и влиять на кинетику рекристаллизации в том числе через фазовые превращения — образование и коагуляцию дисперсных фаз. Это представляет несомненный интерес для оценки хотя бы в первом приближении скорости диффузии при рекристалли-

зации, и их взаимовлиянии на роль упругих напряжений. Вопрос этот изучен недостаточно.

Таким образом, подвижность границы в этом случае определяется параметром, имеющим физический смысл коэффициента диффузии. Но если при обычной зернограницной диффузии атомные перескоки происходят вдоль границы, то в случае миграции границ атомы совершают скачки в направлении поперек границы. Существенной также должна быть сама структура границы, локальная разориентировка соседних зерен и локальные поля упругих напряжений, наличие примесных атомов и вакансий и др. Поэтому количественные (усредненные) значения D_p и D_{gr} (коэффициент диффузии при рекристаллизации и коэффициенты граничной самодиффузии) могут значительно различаться.

Для приближенной количественной оценки этого различия необходимо перейти от скорости миграции границ к соответствующим коэффициентам диффузии. Можно ориентировочно использовать формулу, связывающую коэффициент диффузии D' со средним смещением атомов x при их миграции за время τ : $D' = x^2/2\tau$.

В случае обычной диффузии величина x соответствует средней глубине проникновения диффундирующего вещества. В случае миграции границ за величину x должен быть принят путь границы за время τ . Коэффициент диффузии, подсчитанный таким образом и обозначенный D_p , нужно рассматривать как условный локально несколько различающийся коэффициент диффузии, т. е. такой, каким он должен быть, если бы рост зародышей рекристаллизации и миграция границ зерен шли обычным диффузионным путем.

Подсчитанные значения коэффициентов диффузии D_p сведены в табл. 4.1, в которой приведены результаты экспериментов с железом, алюминием и сплавом Ni + 13 % Cr. В этой же таблице приведены обычные коэффициенты объемной $D_{об}$ и граничной D_{gr} диффузии для тех же металлов и температур и отношения $D_p/D_{об}$ и D_p/D_{gr} . Видно, что коэффициент D_p на 5–6 порядков больше $D_{об}$ и на 2–3 порядка больше D_{gr} .

Высокие значения D_p свидетельствуют о наличии движущих сил (как правило, носящих локальный характер) большой величины, ускоряющих подвижность атомов при рекристаллизации.

Таблица 4.1. Сравнение эффективных коэффициентов диффузии, найденных из скорости миграции границ, с коэффициентами объемной и граничной самодиффузии

Металл (сплав)	t , °C	x^* , см	$\tau_{\text{мigr}}$, с	D_p , см ² /с	$D_{\text{об}}$, см ² /с	$D_{\text{гп}}$, см ² /с	$D_p/D_{\text{об}}$	$D_p/D_{\text{гп}}$	Условия определения скорости роста
Fe	700	10^{-4}	0,1	$5 \cdot 10^{-8}$	10^{-13}	10^{-10}	10^5	10^2	Индукционный нагрев**
Fe	800	$2,5 \cdot 10^{-2}$	60	$5 \cdot 10^{-6}$	10^{-11}	—	10^4	—	Нагрев т.в.ч. после критической деформации***
Ni + 13 % Cr	1050	$5 \cdot 10^{-2}$	60	$2 \cdot 10^{-5}$	10^{-10}	—	10^5	—	Наблюдение в эмиссионном микроскопе
Al	450	10^{-3}	1	10^{-8}	10^{-12}	—	10^4	—	Наблюдение в поляризованном свете

* Путь миграции границы.

** По времени выявления первых зародышей рекристаллизации.

*** По увеличению размера зерен.

Но кроме движущих сил на кинетику миграции границ зерен оказывают влияние и тормозящие силы, что дополнительно усложняет анализ кинетики миграции границ и ее предсказуемость.

Скорость и направление миграции границ v_M на всех стадиях рекристаллизации — первичной, собирательной и вторичной — различны, в общем виде описываются зависимостью:

$$v_M = \mu (P_{\text{дв}} - P_{\text{торм}}), \quad (4.2.)$$

где μ — подвижность границы, зависящая от ее атомной структуры; $P_{\text{дв}}$ — движущая сила миграции, определяющая направление ее движения, являющаяся очень многофакторной и локально неоднородной величиной; $P_{\text{торм}}$ — тормозящая сила, препятствующая миграции или ее замедляющая, как правило, также локально неоднородная.

Перед рассмотрением конкретных факторов, определяющих значение и условия проявления $P_{\text{дв}}$ и $P_{\text{торм}}$, рассмотрим особенности роста зерен на разных стадиях рекристаллизации.

4.2. Особенности основных стадий рекристаллизации

Первичная рекристаллизация

Первичная рекристаллизация — процесс формирования и роста в деформированной матрице новых зерен той же фазы, свободных от структурных несовершенств или значительно совершеннее зерен исходной матрицы и отделенных от других зерен высокоугловыми границами.

Основной движущей силой первичной рекристаллизации $P_{\text{дв}}^{\text{пр}}$ является уменьшение избыточной объемной энергии, накопленной при пластической деформации (см. гл. 2). Она, прежде всего, определяется разностью плотности дислокаций до и после деформации ΔN_d :

$$P_{\text{дв}}^{\text{пр}} \approx k \Delta N_d G B^2, \quad (4.3)$$

где k — коэффициент, учитывающий характер распределения дислокаций, который колеблется от 0,1 до 1; G — модуль сдвига, равный 10^{12} дин $\cdot$ см $^{-1}$; B — вектор Бюргерса (если $B \approx 3 \cdot 10^{-8}$ см, тогда $P_{\text{дв}}^{\text{пр}} \approx 10^7$ дин $\cdot$ см $^{-1}$).

Первичная рекристаллизация начинается при нагреве после деформации множественным скольжением. Температура ее начала тем ниже, а температурный интервал между началом и концом первичной рекристаллизации для однофазных сплавов тем уже, чем больше степень деформации. Центры рекристаллизации формируются прежде всего в участках кристаллической решетки, которые сильнее всего разориентированы и искажены при наклепе (рис. 4.15). В отличие от возврата, первичная рекристаллизация начинается после определенного инкубационного периода. Скорость первичной рекристаллизации в начальный момент времени равна нулю и далее увеличивается, проходя через максимум. Схема изменения скорости первичной рекристаллизации имеет вид кривой сигмаидального типа (рис. 4.16).

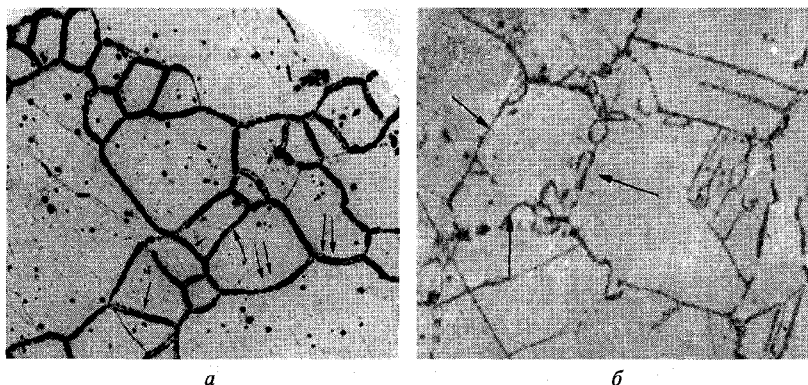
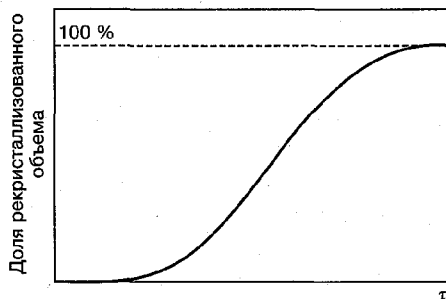


Рис. 4.15. Предпочтительные места образования зародышей рекристаллизации (а, б) и форма зародышей (а)

Рис. 4.16. Зависимость времени начала первичной рекристаллизации от степени деформации (схема)



Первичная рекристаллизация происходит за счет двух процессов — зарождения центров и роста зародышей; соответственно их скорость определяется скоростью зарождения $N = \Delta N / \Delta t$ и скоростью роста $D = \Delta D / \Delta t$.

Характер структуры к концу первичной рекристаллизации определяется соотношением величин N и D , которые, в свою очередь, зависят от очень большого числа факторов — условий и степени деформации, атомного и фазового состава деформируемого материала и т. д. Зависимость доли объема деформированного материала X от времени имеет сложный вид и по-разному отражена у разных авторов.

Наиболее обоснована зависимость, предложенная Аврами [5], из которой следует, что скорость N уменьшается в ходе изотермического отжига. Предложенная зависимость имеет вид:

$$X = 1 - \exp(-B\tau^k), \quad (4.4)$$

где B и τ — коэффициенты, зависящие от температуры и характера зарождения и роста зерен.

Но и эта зависимость не универсальна. Так, в ряде случаев рекристаллизация завершается при весьма продолжительных отжигах, тем больших, чем больше локальный градиент дефектности, функция условия деформации и, следовательно, зависимость Аврами в данном случае непригодна. Универсальной зависимости еще не найдено, и связано это с многофакторной зависимостью N и D .

Рассмотрим наиболее важные факторы, влияющие на N и D .

Степень деформации ϵ Скорость зарождения N чаще всего опережает скорость роста D , что приводит к уменьшению величины зерна с увеличением ϵ . Но выделение дисперсных фаз при определенных температурах меняет картину. Сложно влияет и скорость нагрева [2].

Скорость деформации $\dot{\epsilon}$ При холодной деформации $\dot{\epsilon}$ наиболее заметно проявляется при малых степенях деформации, ускоряя наступление $\epsilon_{кр}$. В сталях увеличение $\dot{\epsilon}$ приводит к образованию более крупнозернистой структуры, что связано с характером выделения (при охлаждении) и растворения (при нагреве) карбидных фаз.

Температура деформации и скорость последующего нагрева. Зависимость сложная в связи с тем, что повышение темпера-

туры нагрева приводит к увеличению времени пребывания при высокой температуре.

Резко сказывается высокая скорость нагрева (индукционный нагрев). При этом, как правило, увеличение скорости нагрева сильнее увеличивает значение N , чем D , и измельчает структуру; часто приводит к образованию вакансий в границах.

Установление закономерностей влияния разных факторов на структуру затруднено рядом причин: не ясно, на какую характеристику структуры влияние данного фактора особенно сильно, какова неоднородность искажений кристаллической решетки, степень локальности и градиент этих локальных неоднородностей и др.

Наличие, размеры дисперсных фаз и расстояние между ними, предварительный возврат и др. частично рассмотрены в [3].

Обилие факторов, неоднозначно влияющих на значения N и D , приводит к тому, что к концу первичной рекристаллизации микроструктура чаще всего оказывается очень неоднородной (рис. 4.17). Прежде всего по неравенству углов между границами зерен в тройных стыках; по числу ребер в зернах (часто $\neq 6$), по неоднородности размеров зерен; в отдельных крайних случаях при наличии неоднородно распределенных частиц дисперсных фаз дело может дойти до резкой разнотекстурности с отношением размеров отдельных крупных зерен к основной массе мелких зерен $D_{\max}/D_{\min} > 5...10$, тогда как при однородных размерах зерен, в силу случайных сечений этих зерен плоскостями, $D_{\max}/D_{\min}$ не превышает значений 3...5. Наконец, границы зерен к концу первичной (началу собира-

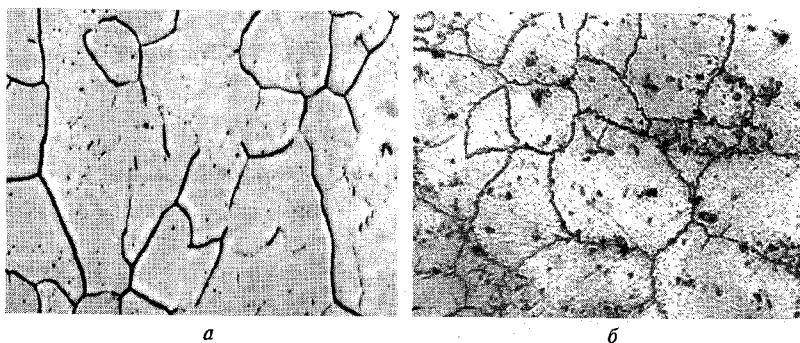


Рис. 4.17. Неоднородность микроструктуры к концу первичной рекристаллизации после холодной (а) и горячей (б) деформации

тельной) рекристаллизации являются, как правило, криволинейными, а после горячей деформации часто зубчатыми (рис. 4.17, б).

На практике часты случаи, когда изделие нужной формы (толщины) не может быть получено за одну стадию пластической деформации, тогда технологический процесс включает несколько чередующихся стадий: деформация — разупрочняющий (рекристаллизационный) нагрев, включающий и несколько стадий первичной рекристаллизации. В этом случае вместо первичной рекристаллизации может быть применен условный термин «рекристаллизация обработки».

Собирательная рекристаллизация

Собирательная рекристаллизация заключается в росте одних новых зерен, возникших на стадии первичной рекристаллизации, за счет других, тоже новых зерен, мало отличающихся по объемной энергии и размерам, но существенно неоднородных (неуравновешенных) по микроструктуре. Схематически на рис. 4.18 показана уравновешенная микроструктура, существенно отличающаяся от неуравновешенной, какой она бывает, как правило, к началу собирательной (см. рис. 4.17).

Если зерна поликристалла имеют одинаковые размеры и одинаковую зернограницную энергию, а все тройные углы близки к 120° , то система будет находиться в квазистабильном состоянии (стабильным был бы монокристалл), которая может существовать в условиях отсутствия существенных флуктуаций тепловой энергии сколь угодно долго.

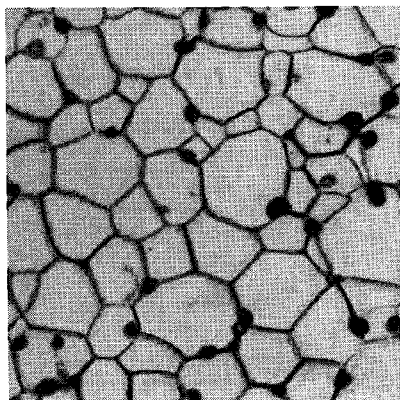


Рис. 4.18. Уравновешенная микроструктура, часто встречающаяся к началу собирательной рекристаллизации (схема)

Внутренняя энергия зерен при собирательной рекристаллизации включает в себя энергию структурных дефектов в объеме зерен (границы субзерен, дислокации, двойники, точечные дефекты) и энергию границ зерен (зернограничную энергию). Ясно, что чем меньше размер зерен, тем больше вклад зернограничной энергии в общую энергию зерна.

Рассмотрим вопрос о зернограничной энергии. Для упрощения допустим, что зерна имеют форму куба с длиной ребра D . Тогда зернограничная энергия, приходящаяся на долю зерна, будет равна:

$$\gamma = (6D^2/2) \gamma_{\text{гр}} = 3D^2 \gamma_{\text{гр}}. \quad (4.5)$$

Энергия на единицу объема, т. е. удельная зернограничная энергия, равна:

$$\gamma_{\text{гр.уд}} = (3D^2/D^3) \gamma_{\text{гр}} = 3\gamma_{\text{гр}}/D. \quad (4.6)$$

Если смежные зерна будут не равны по размерам, то не равна будет и удельная зернограничная энергия. Разность этих энергий и будет составлять одну из основных движущих сил процесса роста (собирательную или вторичную рекристаллизацию):

$$P_{\text{дв}}^{\text{с.р.}} = \Delta\gamma_{\text{гр.уд}} = 3\gamma_{\text{гр}}(1/D_1 - 1/D_2) = 3\gamma_{\text{гр}} \Delta D/D_1 D_2. \quad (4.7)$$

Отсюда следует, что эта составляющая движущей силы миграции границ зерен тем больше, чем больше зерна различаются по размерам.

При очень малом размере зерен, близком к микрону, т. е. примерно соответствующему размеру зародышей первичной рекристаллизации, доля движущей силы собирательной рекристаллизации, определяемая ее зернограничной энергией, будет величиной того же порядка, что и движущая сила первичной рекристаллизации.

Как уже отмечалось, при изотермических отжигах рост зерна часто приостанавливается в процессе изотермического отжига по достижении определенного размера. Чем выше температура и чище металл (меньше число включений), тем больше этот размер. Температурная зависимость скорости роста зерен V , как и при первичной рекристаллизации, описывается

выражением $V = G_0 \exp(-Q_G/RT)$, т. е. имеет вид сигмаидальной кривой.

Значение энергии активации Q_G процесса зависит от чистоты металла (сплава), а в ряде случаев и от температурного интервала, в котором проводится отжиг. Если в нижней части этого интервала присутствуют нерастворенные частицы, а в верхнем температурном интервале они растворены, то эффективная энергия активации будет особенно большой, несмотря на очевидный диффузионный характер процесса (рис. 4.19).

Особенно сильное влияние на скорость миграции границ при собирательной рекристаллизации оказывают дисперсные включения избыточных фаз малых размеров. Они тормозят рост зерен вплоть до полного его прекращения, а при больших размерах вторых фаз происходит превращение формы границ в более равновесные (рис. 4.18).

Эмпирическая зависимость среднего размера зерна D от длительности изотермического отжига удовлетворительно описывается уравнением:

$$D = c \tau^n, \quad (4.8)$$

где c и n — параметры, не зависящие от времени, но c — резко зависит от температуры, а параметр n — от чистоты материала. Наличие растворимых и нерастворимых примесей резко уменьшает n . Параметр c при этом тоже уменьшается, но слабее.

Основные типы дисперсных фаз в конструкционных материалах — это нитридные, оксидные, сульфидные и другие соединения. Их наличие сказывается особенно сильно на торможении миграции границ, а при избирательном торможении — и на текстуре. Торможение миграции границ дисперсными фазами вызвано тем, что размещение их на границе уменьшает энергию границ и системы в целом.

Действительно, площадь и энергия межфазной границы (частица-матрица) практически не зависят от того, где размещена частица, тогда как площадь межзеренной границы от этого зависит существенно. Для простоты примем, что частицы имеют сферическую форму и одинаковый радиус r_0 . Располагаясь на границе, максимальное уменьшение площади границы составит πr_0^2 , а энергия границы $\pi r_0^2 \cdot \gamma_{гп}$.

На рис. 4.20 показано относительное положение частицы и мигрирующей границы на трех стадиях процесса. Граница перемещается слева направо. В положениях 1 и 3 частица находится вне границы. Энергия системы в этом случае равна $\gamma_{\text{гр}} + 4/3\pi r^3 \cdot \gamma_{\text{част.-матр}}$. В положении 2, когда частица расположена в границе, энергия системы уменьшится и будет равна $\gamma_{\text{гр}} - \pi r^2 \cdot \gamma_{\text{гр}} + 4/3\pi r^3 \cdot \gamma_{\text{част.-матр}}$, т. е. меньше на величину $\pi r^2 \cdot \gamma_{\text{гр}}$. Следовательно, отрыв частицы от границы вызывает увеличение энергии системы.

При наличии в единице объема N_v частиц сила, тормозящая миграцию границы, будет равна:

$$P_{\text{торм}} = 3f \gamma_{\text{гр}}/d, \quad (4.9)$$

где f — объемная доля частиц, равная $f = \pi r_0^3 \cdot N_v/3$.

Эта зависимость была впервые предложена Зинером. Из нее следует, что чем больше объемная доля частиц, чем они мельче и чем больше $\gamma_{\text{гр}}$, тем сильнее тормозящее влияние частиц. Ясно, что миграция границы возможна только в случае $P_{\text{дв}} > P_{\text{торм}}$.

Исключение составляет случай наличия небольшого количества крупных нерастворимых частиц. При длительном отжиге у зерен матрицы могут установиться равновесные, или близкие к равновесным стыки (см. рис. 4.18).

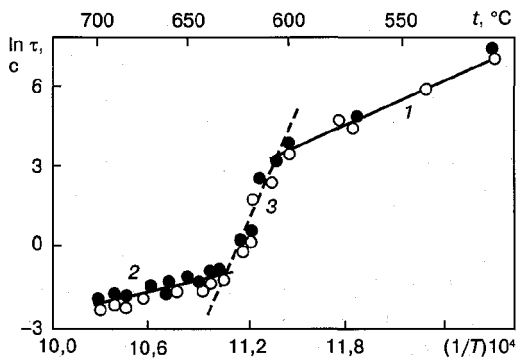


Рис. 4.19. Истинная энергия активации рекристаллизованных тел для однофазных областей (1) и (2) и эффективная энергия активации (3)

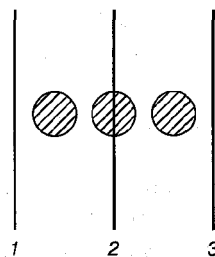


Рис. 4.20. Зависимость энергии межфазной границы от положения частицы относительно границы (1, 2, 3)

Вторичная рекристаллизация

Вторичная рекристаллизация, так же как и собирательная, совершается в материале, в котором уже завершилась первичная рекристаллизация.

Отличие вторичной рекристаллизации от собирательной и сходство ее с первичной заключается в том, что при вторичной рекристаллизации имеются зерна — «центры рекристаллизации», которые способны к интенсивному росту, тогда как основная масса зерен практически не растет («заморожена»). Центры вторичной рекристаллизации растут за их счет. Это приводит к выигрышу в зернограничной и объемной энергии. Сходство с первичной рекристаллизацией заключается еще в том, что в обоих случаях рост «центров» начинается после определенного инкубационного периода. Зависимость доли объема, испытавшего вторичную рекристаллизацию, описывается кривой сигмаидального типа, и после прихода центров вторичной рекристаллизации во взаимное столкновение скорость их роста резко замедляется, и, как правило, приостанавливается.

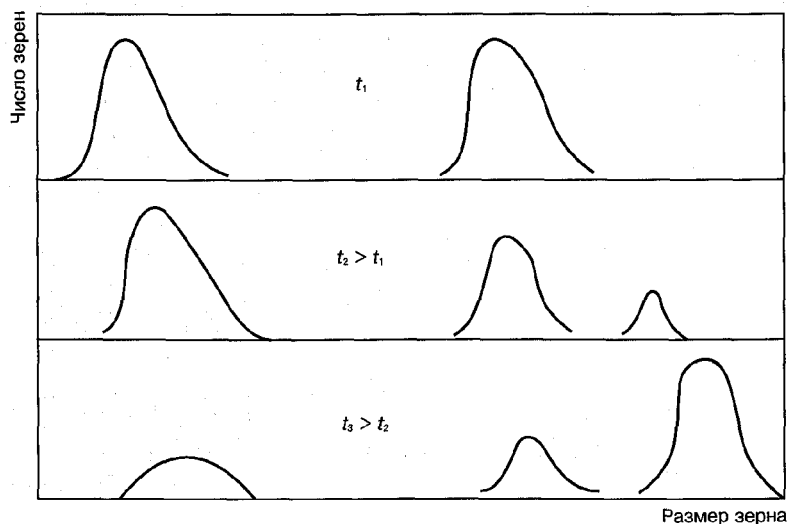


Рис. 4.21. Распределение числа зерен по размерам в случае собирательной (а) и вторичной (б) рекристаллизации

Отличительным признаком, вытекающим из сказанного выше, является своеобразный характер изменения распределения зерен по размерам в ходе вторичной рекристаллизации, в отличие от собирательной, показанный на рис. 4.21. Различие, показанное на рис. 4.21, проявляется еще отчетливее, если вместо зависимости числа зерен от их размера изобразить зависимость в ходе процесса площади S_p , занимаемой зернами данного размера.

В случае собирательной рекристаллизации имеет место один максимум, смещающийся во время нагрева в сторону зерен больших размеров. В случае вторичной рекристаллизации имеются два максимума, резко отличающихся по размеру и смещенных друг относительно друга. Из них максимум, отвечающий крупным зернам, растет и смещается в сторону больших размеров, а максимум, отвечающий мелким зернам, только уменьшается по высоте, то есть число мелких зерен уменьшается, и в пределе они даже могут исчезнуть.

Характерными, часто встречающимися признаками вторичной рекристаллизации являются островной и строчечный характер микроструктуры — наличие «островков» крупных зерен в «море» зерен малых размеров (рис. 4.22).

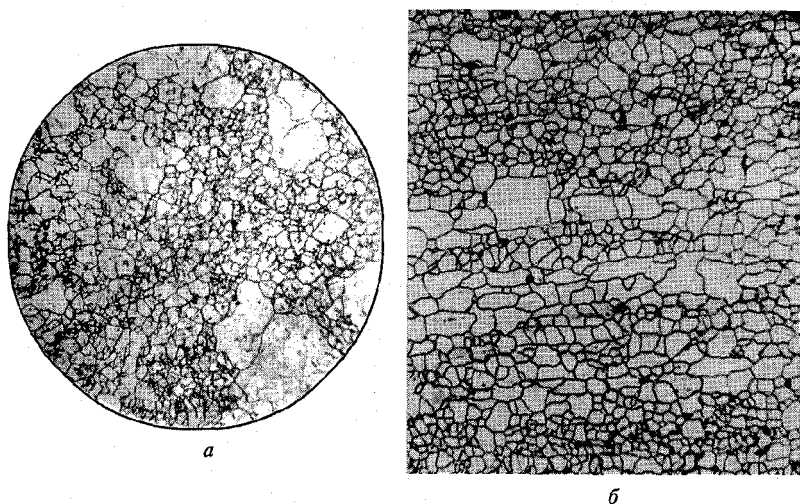


Рис. 4.22. Островная (а) и строчечная (б) разнотернистость

Основной и наиболее часто встречающейся причиной образования крупных зерен — центров вторичной рекристаллизации является наличие и неоднородный характер распределения дисперсных фаз, выделившихся при распаде твердого раствора, и их замедленное растворение.

В участках, относительно свободных от дисперсных фаз, идет процесс беспрепятственного роста зерен. В зависимости от характера распределения дисперсных фаз размер крупных зерен может превысить размер мелких в десятки раз. Дальнейший их рост может быть обусловлен двумя причинами. Первая — медленное растворение дисперсных частиц, заблокировавших до растворения рост мелких зерен. В этом случае скорость миграции границ крупных зерен, намного превышающая скорость миграции границ мелких зерен, обеспечивает рост крупных и исчезновение мелких (см. гл. 12, разд. 2).

Вторая причина. Зернограничная энергия крупных центров так мала, что мелкие частицы не могут служить им препятствием. Различие этих причин легко выявляется металлографически. В первом случае площадь, пройденная мигрирующей границей центра вторичной рекристаллизации, должна быть относительно чистой (свободной) от дисперсных частиц (рис. 4.23, а). Во втором случае проигрыш в зернограничной энергии не велик, и частицы преодолевают границы центра. В выросших центрах вторичной рекристаллизации будет содержаться большое количество дисперсных частиц инородных фаз. Рис. 4.23, б хорошо иллюстрирует сказанное.

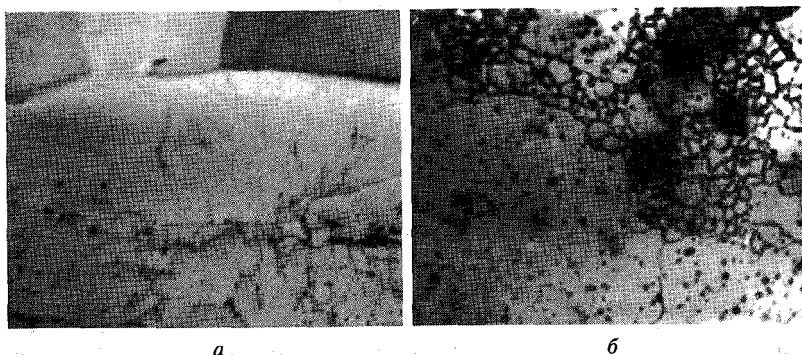


Рис. 4.23. Торможение (а) дисперсными частицами миграции границы при малой зернограничной энергии и преодоление мигрирующей границей торможения при большом значении зернограничной энергии (б)

Из изложенного ясно, что по мере дальнейшего укрупнения аномально больших центров вторичной рекристаллизации будет возрастать и вероятность преодоления дисперсных фаз внутри аномально крупных зерен.

Оценка движущей силы вторичной рекристаллизации при условии, что центры вторичной рекристаллизации в 10 раз больше по линейным размерам, чем основная масса зерен, и $\gamma_{\text{гп}} = 500 \text{ эрг} \cdot \text{см}^{-2}$ дает значения, близкие к движущей силе первичной рекристаллизации:

		P , втор. рек.
D_1 , см	$1 \cdot 10^{-4}$	$10 \cdot 10^{-4}$
D_2 , см	$10 \cdot 10^{-4}$	$100 \cdot 10^{-4}$
ΔD , см	$9 \cdot 10^{-4}$	$9 \cdot 10^{-3}$
$D_1 D_2$, см ²	$1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-5}$
$P_{\text{дв}}^{\text{с.р.}}$	$1,4 \cdot 10^7$	$1,4 \cdot 10^6$

4.3. Влияние движущих и тормозящих сил на направление миграции границ

Движущие силы

1. ΔE — градиент объемной энергии растущего и «поедаемого» зерна (градиент концентрации структурных несовершенств по обе стороны от границы). Под влиянием этого градиента граница мигрирует в направлении менее совершенного зерна.

2. Атомное строение границы между растущим зерном и зерном, в которое граница мигрирует, и углы разориентировки этих зерен. В первом приближении E_n — обратная плотность совпадающих узлов. Мигрируют зерна с большим E_n . При собирательной рекристаллизации растет число границ с малым Σn , в материалах с малой энергией дефектов упаковки — число и протяженность двойниковых границ.

3. $\Delta \phi$ — отклонение углов в тройных стыках зерен от квазиравновесных, равных в изотропных материалах 120° . Стык мигрирует вместе с примыкающими границами в направлении приближения углов к 120° .

4. Кривизна границ. Уменьшению энергии должно способствовать уменьшение протяженности границы. В силу этого криволинейная граница должна мигрировать к центрам своей кривизны и спрямляться.

5. Наличие вакансий в приграничных областях, а также образование вакансий на стадии массовой аннигиляции дислокаций разных знаков. Граница мигрирует в направлении, где концентрации вакансий больше.

6. Разность в доле зернограничной энергии $\Delta E_{\text{гр}}$, приходящейся на единицу объема, которая в первом приближении пропорциональна разности $D_1 - D_2$. Граница мигрирует в сторону зерна меньшего размера.

7. $\Delta\sigma$ — градиент поверхностной энергии границы кристаллит — внешняя среда. Зерно с меньшей величиной σ растет за счет зерна с большими значениями σ . Роль этого фактора существенна для рекристаллизации в пленках, тонких (толщиной в десятки микрон и меньше) пластинах.

При миграции границы зерна и переходе мигрирующей границы от одного зерна к другому значения многих из приведенных факторов могут меняться скачком. Соответственно скачкообразный характер будет носить и скорость миграции границы. Если влияние каких-либо из факторов на скорость миграции будет различной по направлению, граница будет мигрировать в направлении фактора, дающего больший вклад в энергию.

Тормозящие силы

Тормозящая сила $P_{\text{торм}}$ связана чаще всего с наличием в сплаве дисперсных частиц других фаз, микропор. Это особо сказывается на вторичной рекристаллизации.

Отрыв границы от частицы повышает энергию системы (см. рис. 4.20). Наиболее сильно влияют частицы размером в десятки и сотни нанометров, расположенные одна от другой на расстоянии в десятые доли микрометра. На стадиях вторичной рекристаллизации тормозят и примесные атомы, но значительно слабее.

Наличие и знак макронапряжений могут облегчать или затруднять распад с выделением дисперсных фаз и тем замедлять или ускорять миграцию границ. В тонких пленках тормозящую роль играют канавки травления, образующиеся вдоль границ зерен, входящих на поверхность пленки (рис. 4.24).

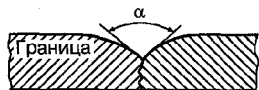


Рис. 4.24. Канавки травления (схема)

Вклад вышеперечисленных параметров на разных стадиях рекристаллизации различен:

- на стадии роста зародышей рекристаллизации — определяющую роль играет градиент объемной энергии, а также образование вакансий на начальной стадии первичной рекристаллизации;

- на стадии собирательной рекристаллизации — отклонение углов в тройных стыках от 120° разность удельной зернограничной энергии ($\sim D_1 - D_2$), строение границ и их кривизна. Перестройка случайных границ в ходе миграции в специальные с малой подвижностью будет замедлять скорость миграции, т. е. собирательную рекристаллизацию;

- на стадии вторичной рекристаллизации — интенсивность распада и неоднородный характер распределения дисперсных фаз и отсюда неоднородность влияния тормозящих сил на миграцию границ разных зерен, скорость растворения и коагуляция дисперсных фаз. Если неоднородность распределения дисперсных фаз будет носить локальный, в частности островковый характер, то таким будет и характер разнотерности.

При прогнозировании действия приведенных факторов нужно учитывать многие особенности. Так, если тормозящие частицы распределены по объему неравномерно, то неоднородным по объему будет их тормозящее влияние, что приведет к неоднородности микроструктуры (разнотерности).

Если в материале в ходе деформации возникнут растягивающие макронапряжения, они будут способствовать выделению из раствора при его распаде частиц с большим удельным объемом, чем матрицы; сжимающие напряжения будут затруднять их выделение. Это скажется на тормозящей силе и на характере разнотерности.

Если в ходе миграции случайных границ их атомная структура будет изменяться, приближаясь к специальной, скорость их миграции будет уменьшаться и т. д.

4.4. Роль неуровновешенности зернограничной энергии

В ряде работ Смита и других авторов показано, что характер равновесной микроструктуры металла (форма зерен) может быть объяснен исходя из представлений о неуровновешенности зернограничного натяжения γ (удельной свободной зернограничной энергии) стыкующихся границ.

В общем случае влияние зернограницного натяжения на равновесную форму частицы данного объема проявляется в том, что сумма произведений σ_i для разных поверхностей частицы на площадь соответствующих поверхностей S_i принимает минимальное значение при постоянном объеме частицы, т. е.:

$$\sigma_{\text{общ}} = \sum \sigma_i S_i \rightarrow \min. \quad (4.2)$$

В случае поликристалла условием равновесной формы кристаллитов является равенство нулю векторной суммы коэффициентов зернограницных натяжений, отложенных в плоскости, нормальной к общему ребру трех пересекающихся призматических зерен.

Пусть два из трех стыкующихся зерен (рис. 4.25) относятся к фазе α и одно — к фазе β . Обозначим через $\gamma_{\alpha 1 \alpha 2}$ зернограницное натяжение на границе различно ориентированных кристаллитов одной фазы α и через $\gamma_{\alpha \beta}$ — зернограницное натяжение на границе кристаллитов фаз α и β .

Исходя из условий равновесия, проектируем все коэффициенты на направление $\gamma_{\alpha 1 \alpha 2}$ и векторную сумму их приравняем к нулю:

$$\gamma_{\alpha 1 \alpha 2} - \gamma_{\alpha 1 \beta} \cdot \cos \theta/2 - \gamma_{\alpha 2 \beta} \cdot \cos \theta/2 = 0; \quad (4.3)$$

если $\gamma_{\alpha 1 \beta} = \gamma_{\alpha 2 \beta}$; $\gamma_{\alpha 1 \alpha 2} = 2\gamma_{\alpha \beta} \cos \theta/2$, то

$$\gamma_{\alpha \beta} / \gamma_{\alpha \alpha} = 1/[2 \cos (\theta/2)]. \quad (4.4)$$

Подставляя в эту формулу разные значения равновесного угла θ , можно определить, какому соотношению коэффициентов $\gamma_{\alpha \alpha}$ и $\gamma_{\alpha \beta}$ отвечает данный угол θ . В случае собирательной рекристаллизации, которая происходит за счет миграции гра-

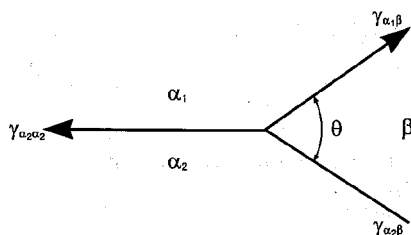


Рис. 4.25. Тройной стык зерен двух фаз α и β

ниц одной фазы, и пренебрегая анизотропией зернограничной энергии, как это допустимо для материалов с кубической решеткой, получаем $\gamma_{\alpha\alpha} = \gamma_{\alpha\beta}$. Равновесный угол тогда равен $\cos \theta = 1/2$, откуда $\theta = 120^\circ$.

Таким образом, границы равновесных зерен однофазного изотропного материала в месте стыка на шлифе должны встречаться под углом 120° . Отсюда равновесными при прямых границах, могут быть только зерна с числом сторон в сечении, равным шести. У зерен с числом сторон в сечении меньше шести границы для образования угла в тройном стыке, равного 120° , должны быть выпуклыми, а у зерен с числом сторон больше шести — вогнутыми (рис. 4.26).

Вследствие того, что положение атомов на вогнутой границе более стабильно, чем на выпуклой (в первом случае число соседних атомов больше) частота перескоков атомов на вогнутую сторону должна быть большей, чем в обратном направлении. Поэтому зерна с числом сторон больше шести под влиянием зернограничной энергии должны расти миграцией границ в направлении вне зерна, а у зерен с числом сторон меньше шести — внутрь зерна, то есть зерно должно в пределе исчезнуть. Это значит, что стык больше трех границ неустойчив.

Все сказанное выше справедливо тогда, когда зернограничная энергия изотропна. Если энергия на границе между зернами α и β $\gamma_{\alpha\beta} > \gamma_{\alpha\alpha}$, то угол θ между границей α и β будет $> 120^\circ$. Это важно для понимания, почему угол между рекри-

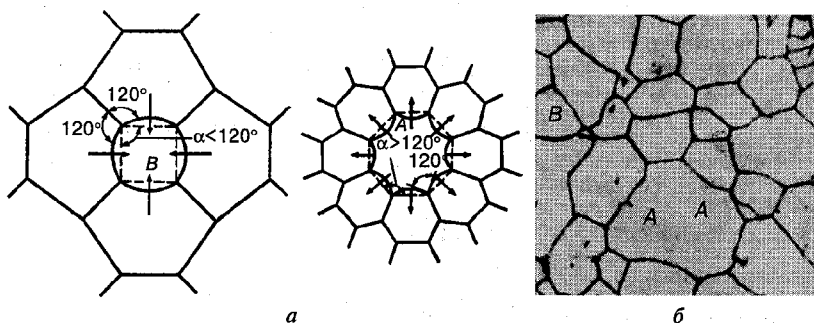


Рис. 4.26. Вогнутые границы у зерна A с числом сторон больше шести и выпуклые у зерна B с числом сторон меньше шести:
а — схема, стрелками показано направление миграции границ; б — микро-
структура никелевого сплава ($\times 300$)

сталлизованным и деформированным зерном (т. е. на стадии до конца первичной рекристаллизации), как правило, $> 90^\circ$.

Обращает на себя внимание то, что на стадии незавершенной первичной рекристаллизации наблюдается резко выраженная анизотропия скорости роста зародышей. Во всех случаях она минимальна вдоль границ, которые возникают при стыковке зародышей, в силу чего границы между зародышами становятся прямолинейными (объемная энергия зародышей практически одинакова), и максимальна в направлении деформированной матрицы (см. рис. 4.15, *a* — показано двумя стрелками). Скорости роста в этих крайних направлениях различаются в 3–4 раза, и потому изолированные друг от друга центры, возникающие на границе двух зерен, имеют форму чечевицы, а центры, возникающие на стыке трех зерен, — форму треугольников с выпуклыми сторонами.

Уравновешенность зернограницной энергии, приближение углов в тройных стыках к 120° , а число граней в зернах близком в среднем к шести достигается постепенно в процессе собирательной рекристаллизации.

Столкновение с новым выросшим соседним зерном часто нарушает уравновешенность зернограницного натяжения и создает новый импульс для ускорения локальной миграции границ, прилегающих к неуравновешенному стыку. Границы тем менее устойчивы и быстрее мигрируют, чем величина угла между стыкующимися становится отличной от 120° .

На рис. 4.27 показан один из типичных примеров, иллюстрирующий характер перемещения границ в алюминии при со-

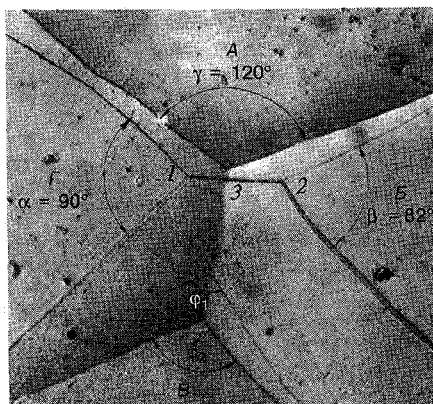


Рис. 4.27. Миграция границ в алюминии при собирательной рекристаллизации, стимулируемая стремлением к уравниванию зернограницного натяжения в стыках зерен. Снято в поляризованном свете. Видны промежуточные положения границ ($\times 400$)

бирательной рекристаллизации. На снимке видны последовательные положения границ, выявленные благодаря чередованию отжигов и электролитического травления с нанесением анодной пленки и сфотографированные в поляризованном свете.

В исходном состоянии непосредственно соприкасаются зерна *A* и *B*. Зерна *B* и *Г* не имеют общей границы. Углы α и β равны 90° и 80° соответственно. В процессе отжига стыки *1* и *2* растут навстречу друг другу, при этом углы α и β увеличиваются, приближаясь к 120° . Скорость миграции границ у стыка с менее равновесным углом β больше, чем с углом α . После встречи стыков *1* и *2* в точке *3* возникает четверной стык. Теперь в одной точке в плоскости шлифа пересекаются четыре границы. Появляются два новых угла γ и ϕ , из которых угол γ близок к 120° . Четверной стык неуравновешен, поэтому перемещение стыков и границ продолжается. Появляется новая граница между зернами *B* и *Г*. Углы α и β становятся равными 120° , к этому значению приближается и угол ϕ . Из рис. 4.27 видно, как угол ϕ_1 , равный 100° , сменился углом $\phi_2 = 110^\circ$.

Миграция границ у двух новых стыков с углами γ и ϕ оказалась резко различной по скорости. Границы у стыка с углом γ , близким к 120° , переместились очень мало, примерно на 50 мкм, тогда как у стыка с углом ϕ , далеким от равновесного ($\phi \ll 120^\circ$), за то же время на ~ 750 мкм, т. е. со скоростью в 15–18 раз большей.

Этот пример показывает, что под воздействием неуравновешенности зернограницного натяжения скорость миграции границ при собирательной рекристаллизации может различаться в разных направлениях на порядок по величине.

Таким образом, *неуравновешенность зернограницного натяжения* — одно из важнейших условий реализации влияния движущей силы процесса, стремящегося к установлению равновесной микроструктуры.

4.5. Роль вакансий, образующихся на начальных стадиях первичной рекристаллизации

К числу важных явлений, сопровождающих начальную стадию рекристаллизации, относится образование вакансий и вакансионных скоплений. Это явление не получило еще широкого признания и практического применения.

Одним из первых, кто привлек внимание к этому вопросу, был Б.Я. Пинес, который обнаружил ускорение диффузии при нагреве деформированных металлов и объяснил это влиянием движения на стадии отдыха избыточных вакансий, созданных деформацией. Позднее К. Люке применил представление о вакансиях для объяснения большой скорости миграции границ зародышей рекристаллизации. По мнению К. Люке [8], мигрирующие границы зародышей обогащены вакансиями за счет поглощения дислокаций. Никакими специально поставленными экспериментами эти представления подкреплены авторами не были.

Для получения достоверных данных о самом факте образования вакансий и условиях их образования в работе С.С. Горелика с сотрудниками [9] был использован комплекс взаимно дополняющих современных методов анализа, включающих специальный метод диффузии и др.

Применение обычных методов анализа скорости диффузии, напрямую связанной с концентрацией вакансий, не могло дать нужного ответа, так как эти методы требуют длительных отжигов при высоких температурах, за которые рекристаллизация, а тем более ее начальные стадии, успевает завершиться, и диффузия изучается, по существу, уже в рекристаллизованном состоянии. Ускорение диффузии могло быть следствием измельчения зерна в результате рекристаллизации. В данном же случае необходимо было применять высокие скорости нагрева под рекристаллизацию и использовать методы, позволяющие измерять очень малые коэффициенты диффузии, что позволило бы исследовать поведение вакансий отдельно при возврате и рекристаллизации, а также изменения коэффициента диффузии непосредственно в ходе рекристаллизации. Этим требованиям удовлетворял «метод отпечатка» с использованием радиоактивных изотопов, предложенный А.А. Жуховицким. Он позволял изучать очень малые скорости диффузии ($D = 10^{-12} \dots 10^{-15} \text{ см}^2/\text{с}$).

Исследовалась диффузия изотопа ^{60}Co , который вначале наносился на поверхность образцов никеля с 13 % хрома, деформированных осадкой на 20 %. После этого образцы нагревали с высокой скоростью на разные температуры. Параллельно исследовались деформированные и недеформированные образцы. Результаты пересчитанных изменений скорости диффузии приведены на рис. 4.28.

В начале отжига на стадии возврата диффузия ускорялась, а затем по мере завершения возврата разность коэффициентов диффузии у деформированного и недеформированного образцов падала практически до нуля, т. е. ускорение диффузии, связанное с возвратом, себя исчерпало. Однако дальнейший нагрев образца до 850 °С, приведший к началу первичной рекристаллизации, вызвал новое, постепенно нарастающее ускорение диффузии. Пройдя через максимум, оно начинало убывать. Это согласуется с тем, что возврат, в отличие от рекристаллизации, идет практически без инкубационного периода. Важно подчеркнуть, что ускорение диффузии, хотя и в более слабой форме, продолжалось некоторое время и по завершении первичной рекристаллизации. Известную роль, возможно, играют вакансионные комплексы и вакансии, образующиеся у стыков зародышей рекристаллизации.

Следующий эксперимент был навеян данными, приведенными в популярной в свое время монографии Э. Шмидта о том, что холодная деформация ряда металлов (меди, латуни, висмута, вольфрама) сопровождается небольшим уменьшением плотности (~ 0,1...0,2 %).

Увеличение объема на начальной стадии рекристаллизации было позднее установлено М.Л. Берштейном [10] на стали 30ХА в процессе изотермической выдержки при температуре 900 °С. Этот факт автором не были объяснен, но теперь есть все основания предполагать, что он связан с образованием дислокаций. В таком случае аннигиляция дислокаций должна

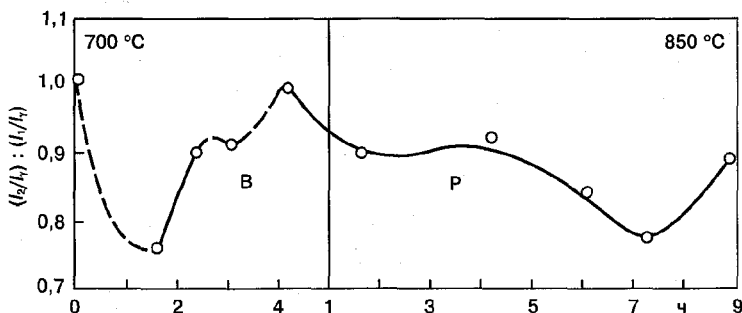


Рис. 4.28. Влияние возврата В и начальной стадии первичной рекристаллизации Р на скорость диффузии. Зависимость относительной активности ^{60}Co с поверхности деформированного сплава Ni + 13 % Cr от продолжительности отжига при 700 °С (возврат) и 850 °С (первичная рекристаллизация)

давать обратный эффект. Эксперимент был выполнен на латуни Л68, деформированной на 50 %. Был установлен факт повышения плотности при нагреве после резкого ее спада (рис. 4.29) [11]. Параллельно изучалось изменение при нагреве электросопротивления как свойства, четко реагирующего на образование и сток вакансий. Нагрев осуществлялся с большой скоростью (500 °C/с) с последующим резким охлаждением в воде. В условиях быстрого нагрева и резкого охлаждения при протекании первичной рекристаллизации (при 400 °C рекристаллизация еще не началась, при 450 °C — прошла на 50 %, при 500 °C — почти завершилась, а восстановление плотности закончилась при 550 °C) было также отмечено аномальное увеличение электросопротивления и последующий его рост. Эти эффекты подтверждают появление избыточных вакансий, которые благодаря малому времени пребывания при температуре отжига (~ 0,3 с) и быстрому охлаждению не успевают стечь. Такой эффект должен, по-видимому, особенно резко проявиться при горячей деформации.

Спад электросопротивления может быть результатом двух явлений: либо стока вакансий, либо их собирания в скопления (кластеры); второе предположение хорошо согласуется с продолжением ускорения диффузии и фактом повышения плотности после ее резкого снижения.

Образование избыточных вакансий при рекристаллизации подтверждается еще двумя экспериментами. В работе А.И. Трусова с сотр. [11] приведены полученные с помощью метода внутреннего трения данные об изменении параметров релаксации Зинера на латуни Л62. Увеличение концентрации ва-

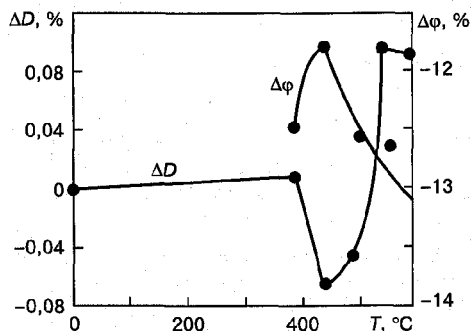


Рис. 4.29. Влияние начальной стадии рекристаллизации латуни, деформированной на 50 % на плотность (ΔD) и электросопротивление ($\Delta \phi$)

кансий приводит к уменьшению времени релаксации τ и к увеличению интенсивности релаксационного процесса ΣA .

В деформированном состоянии (до отжига) значение τ оказалось существенно более низким, а ΣA более высоким, чем в отожженном состоянии, что свидетельствовало о большом количестве избыточных вакансий.

Последующий нагрев до 310 °С (когда еще не началась рекристаллизация, но активно шел процесс возврата) привел практически к исчезновению избыточных вакансий деформированного образца. Появление первых рекристаллизованных зерен, которые были надежно установлены при 315 °С, сопровождалось резким возрастанием концентрации вакансий. Величина τ уменьшилась до значения, соответствующего деформированному состоянию, а значение ΣA возросло до величины, даже несколько превышающей ее значение у деформированного металла.

Во время дальнейшей рекристаллизации при быстром нагреве до 500 °С время релаксации τ оставалось низким, а величина ΣA продолжала уменьшаться. Таким образом, данные об изменении внутреннего трения подтвердили данные об изменении скорости диффузии, электросопротивления и плотности.

Оригинальные результаты, подтверждающие образование вакансий при рекристаллизации, были получены [12] на жаропрочном сплаве на никелевой основе ЭП 800.

Все эти экспериментальные данные непосредственно подтверждают образование вакансий и их скоплений на начальной стадии рекристаллизации.

Дополнительно можно привести некоторые практически важные результаты, полученные разными авторами, косвенно подтверждающие рассмотренные выше данные о связи рекристаллизации с образованием вакансий.

1. А.Ф. Федоренко с сотрудниками изучали влияние всестороннего давления от 1 до $15 \cdot 10^3$ атм на кинетику рекристаллизации меди. Оказалось, что всестороннее давление резко замедляет процесс первичной рекристаллизации (процесс формирования центров рекристаллизации) и несколько слабее влияет на скорость их роста.

2. В.К. Бабич и др. [13] при изучении рекристаллизации углеродистой стали с разным содержанием углерода и различной формой цементитных частиц установили, что нагрев, со-

проводящийся рекристаллизацией холоднокатаной стали с пластинчатым перлитом, всегда сопровождается интенсивной сфероидизацией пластинчатых частиц цементита. В то же время нагрев, даже весьма длительный, до температуры чуть ниже температуры начала рекристаллизации практически не изменяет пластинчатой формы карбидных частиц.

3. При термоциклической обработке литого эвтектического сплава Al-Si пластины кремния сфероидизировались после двух-трех термоциклов. Ускорению процесса способствовала рекристаллизация после фазового наклепа, вызванного большой разностью коэффициентов термического расширения алюминия и кремния.

4. Пластическая деформация литых однофазных сплавов всегда ускоряет их гомогенизацию.

Эффект образования вакансий и особенно вакансионных скоплений при рекристаллизации может быть эффективно использован для ускорения химико-термической обработки пластичных металлов и сплавов. Для этого объем и участки, подлежащие химико-термической обработке, должны быть предварительно подвергнуты большой пластической деформации (если холодной, то скорость деформации должна быть осуществлена с большой скоростью). Нагрев под химико-термическую обработку должен осуществляться также с возможно большей скоростью. Образовавшиеся при этом вакансионные скопления должны существенно сократить время химико-термической обработки.

5. Аналогично может быть ускорен и твердофазный синтез при спекании порошков разного состава. При этом тем или иным способом должен быть наклепан более пластичный компонент.

4.6. Влияние зернограницной энергии на скорость миграции границ на разных стадиях рекристаллизации

Основной движущей силой роста зародышей на стадии первичной рекристаллизации безусловно является градиент объемной энергии. Об этом говорит то обстоятельство, что все границы зародышей мигрируют от центров их кривизны в направлении деформированных зерен [2]. Анизотропия скорости роста зародыша обусловлена прежде всего неравномерным

распределением объемной энергии, созданным в процессе деформации, различием в плотности дефектов вдоль границы и в разных направлениях, что и приводит к концу первичной рекристаллизации, к неуравновешенности тройных стыков, кривизне границ, разбросу в размерах зерен и т. д.

Большинство авторов считают, что ролью зернограницной энергии и стремлением к ее уменьшению на стадии первичной рекристаллизации можно пренебречь. По Мак Лину [14], эта роль пренебрежимо мала по сравнению с ролью объемной упругой энергии. Мэйл, Авраами [5], Смит [15] также не учитывали эту энергию в разработанной ими формальной теории скорости рекристаллизации. Экспериментальных данных, подтверждающих такую точку зрения, авторы не приводят, пользуясь полной аналогией с фазовой перекристаллизацией.

Отсутствуют сведения о влиянии зернограницного натяжения на процесс формирования зародышей рекристаллизации.

Следующие наблюдения заставляют усомниться в том, что влиянием зернограницной энергии на скорость первичной рекристаллизации можно пренебречь.

На рис. 4.30 показан ряд последовательных (во времени) положений границ центров рекристаллизации, возникших на границе двух зерен (а) и в тройном стыке (б) в момент столкновения и после него. После столкновения центров 3 и 4 дальнейшая миграция вдоль исходной границы прекращается.

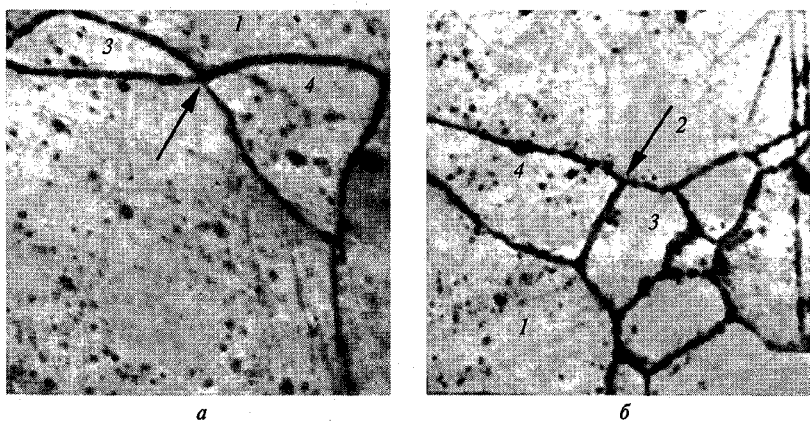


Рис. 4.30. Влияние столкновения центров первичной рекристаллизации на форму новых зерен и стремление к уравниванию зернограницной энергии на миграцию границ и форму новых зерен

Пока есть деформированное окружение, центры практически не растут одни за счет других. Но после того, как зародыши сталкиваются, направлением максимальной скорости роста становится направление, перпендикулярное исходной границе, т.е. оно изменяется на 90° . При этом между центрами 3 и 4 возникает новая граница (рис. 4.30, б), которая на этой стадии, как правило, является прямой. Последний факт очень типичен и является подтверждением равенства объемной энергии зародышей и проявлением стремления системы к минимуму зернограницной энергии и к ее уравниванию.

Вывод о некотором ускорении миграции границ в месте их столкновения может быть сделан на основании того, что новые углы, образовавшиеся при столкновении (углы в зернах 3 и 4 на рис. 4.30, а), имеющие в момент столкновения значения $130...140^\circ$, увеличиваются при дальнейшей миграции границ до $150...170^\circ$.

То, что угол растет, все более отличаясь от 120° , можно отчасти объяснить тем, что зернограницная энергия границы между центром рекристаллизации и деформированной матрицей больше, чем на границе двух новых зерен (центров). Следует учитывать, что различие состояний растущих центров и исчезающей деформированной матрицы позволяет при термодинамическом рассмотрении считать их разными фазами. Но γ на границе двух зерен разных фаз, как было отмечено ниже, больше, чем на границе двух зерен одной фазы.

В таком случае отношение $\gamma_{\alpha\beta}/\gamma_{\alpha\alpha}$ должно быть > 1 , а угол θ , соответствующий этому случаю, должен быть $> 120^\circ$.

На рис. 4.31 приведена структура сплава Fe—W после небольшой деформации и последующей рекристаллизации, иллюстрирующая реальность этой схемы. В результате многократных столкновений центры постепенно теряют свою начальную форму и приобретают в сечении форму многоугольников. Таким образом,



Рис. 4.31. Центры рекристаллизации, имеющие форму многоугольников

столкновение центров рекристаллизации может приводить к локальному ускорению миграции границ и образованию новых границ под влиянием двух факторов: градиента объемной энергии и неуравновешенности зернограницной энергии.

Это влияние зернограницной энергии и ее неуравновешенности на скорость миграции границ, очевидно, важный момент в кинетике рекристаллизации и собирательной, и первичной. Благодаря этому влиянию скорость первичной, а до известной степени и собирательной рекристаллизации поддерживается внутренними, медленно убывающими силами, которые в значительной мере тормозят снижение скорости процесса, связанное с уменьшением объемной энергии, внесенной деформацией.

Следовательно, скорость миграции границ при отжиге после первичной рекристаллизации (и, следовательно, скорость роста зерен) должна быть тем больше, чем менее уравновешено зернограницное натяжение в стыках зерен.

В работах Мак Лина [14], Смита [15] и др. показана определяющая роль зернограницного натяжения в процессе собирательной рекристаллизации. Принималось, что в этом случае процессом движет стремление к уменьшению общей зернограницной энергии, т. е. к уменьшению суммарной протяженности границ. Собирательная рекристаллизация приостанавливается, когда образец еще остается поликристаллическим. Структура в этом случае хотя и не обладает минимальной энергией, но является квазиравновесной, а силы, обеспечивающие дальнейшее уменьшение протяженности границ, отсутствуют.

Приведенные ниже результаты исследования скорости собирательной рекристаллизации в двух группах сплавов подтверждают справедливость такого вывода.

Первая группа — это алюминий и однофазные сплавы на его основе: $\text{Al} + 2,4\% \text{ Mg}$; $\text{Al} + 0,3\% \text{ Mn}$; сплав $\text{Fe} + 3,6\% \text{ (ат.) Si} + 0,015\% \text{ (масс.) C}$; вторая — стареющий сплав $\text{Fe} + 3,6\% \text{ (ат.) W} + 0,002\% \text{ (масс.) C}$.

О степени неравновесности судили по данным о распределении зерен по размерам, числу сторон и величине углов в тройных стыках. Чем больше отличается наиболее вероятное и среднее число сторон от шести, величина угла — от 120° , а размер наиболее вероятных зерен от размера максимальных зерен, тем более не уравновешена структура с точки зрения зернограницного натяжения.

Сплав Fe—Si — однофазный. После деформации на 10 и 50 % часть образцов сплавов Fe—W и Fe—Si нагревали в течение разного времени при 1300 °С. При этом в сплаве Fe—W на начальные стадии рекристаллизации накладывалось интенсивное растворение частиц фазы Fe₂W, успевших выделиться в процессе нагрева.

Другая часть деформированных образцов сплава Fe—W проходила двойной отжиг: 1050 °С, 2 ч + 1300 °С (различное время). При 1050 °С шел интенсивный распад твердого раствора с выделением большого количества частиц фазы Fe₂W. Параллельно возникали зародыши рекристаллизации, росту которых препятствовала эта дисперсная фаза. В начальный период нагрева при 1300 °С в этих образцах из-за влияния большого количества не успевших еще раствориться частиц Fe₂W средняя величина зерна и равновесность структуры были меньше, чем в образцах, непосредственно нагретых при 1300 °С.

На рис. 4.32 показаны кривые распределения зерен по числу их границ для сплава Fe—W после деформации 10 и 50 % и нагрева в течение 3 мин при 1300 °С, что, по рентгеновским данным, соответствует концу первичной рекристаллизации. Как следует из кривых, структура после 10%-ой деформации менее уравновешена. Наиболее вероятное число сторон на зерно в этих образцах равно 4,75 а после 50%-ой деформации — 5,45. Среднее число сторон на одно зерно после 10%-ой деформации также меньше. Соответственно, менее равновесны и углы.

Этот результат можно объяснить, очевидно, так: при малых деформациях число зародышей и частота их столкновений

меньше, а так как каждое столкновение с новым зародышем (зерном) дает новую границу, то получается меньшим и среднее число сторон.

Затем образцы нагревали непосредственно при 1300 °С в течение более продолжительного времени и из размера максимального зерна после разных выдержек определяли скорость роста. Не смотря на то что после трех-

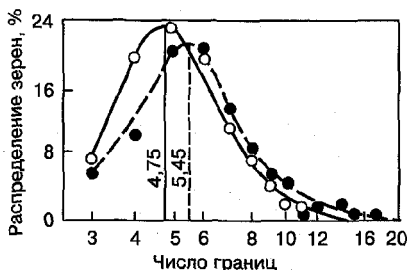


Рис. 4.32. Распределение зерен сплава Fe—W по числу границ к концу первичной рекристаллизации после деформации 10 % (светлые точки) и 50 % (черные точки)

минутного нагрева абсолютный размер зерна был больше в образцах, деформированных на 10 %, скорость дальнейшего роста оказалась больше в этих же образцах (0,051 мм/мин вместо 0,042 мм/мин для деформации 50 %).

Таким образом, при меньшей абсолютной величине зернограничной энергии (меньшей протяженности границ), но большей неуравновешенности зернограничного натяжения, скорость роста при собирательной рекристаллизации оказывается большей в этом сплаве.

Влияние зернограничного натяжения проявляется в одном очень важном явлении — торможении перемещения границ нерастворенными примесями (включениями). Некоторые из примеров такого влияния показаны на рис. 4.33 для алюминия. Граница, подходя к нерастворенной частице (очевидно, Al_2O_3), обгибает ее с флангов и принимает форму резко вогнутой линии, во впадине которой помещается включение. Только после значительного увеличения своей общей протяженности граница скачкообразно преодолевает это препятствие и спрямляется, т. е. снова проявляется действие зернограничного натяжения: отставший участок границы перемещается с большей скоростью, чем ушедшие вперед. Подобные примеры обнаружены и на никеле.

Торможение мигрирующей границы включением, так же как и характер последующего «обхода» включения, может быть хорошо объяснено на основе приведенных выше представлений.

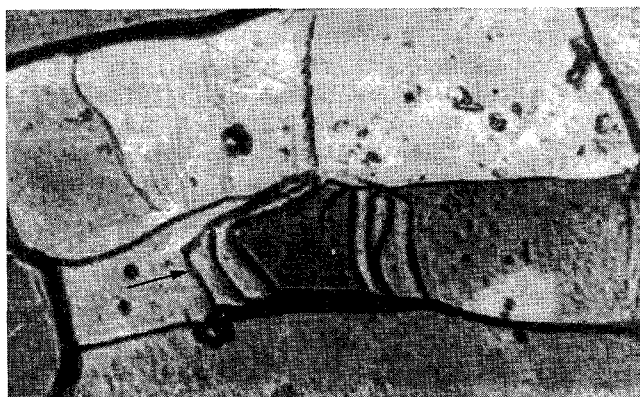


Рис. 4.33. Обход включения мигрирующей границей

В процессе собирательной рекристаллизации граница, как правило, мигрирует к центру своей кривизны. Для обхода включения граница должна вначале увеличить свою кривизну и удлиниться, что требует дополнительной энергии. Следовательно, увеличивается равнодействующая сил поверхностного натяжения, направленная к центру кривизны, и концентрация вакансий перед включением. При достижении определенной концентрации вакансий граница обходит включение. Чем выше температура и общая диффузионная подвижность, тем быстрее достигается необходимая концентрация вакансий.

После того как частица обойдена границей, на внутренней стороне границы еще сохраняется высокая концентрация вакансий. Поскольку теперь границу ничто не держит, она очень быстро выпрямляется благодаря повышенной скорости перемещения ее средней части (впадины), которая стимулируется большой концентрацией вакансий.

4.7. Термическая устойчивость ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры*

Нано- и субмикроструктурная структура, формирующаяся в ходе интенсивной пластической деформации (ИПД) при пониженных температурах, характеризуется большой протяженностью границ зерен и их неравновесным состоянием, т. е. повышенной дефектностью. В связи с этим встает вопрос о термической устойчивости такой структуры.

Сначала определим, что понимают под термической устойчивостью материала: стабильность величины зерна при нагреве или устойчивость упрочнения? В общем случае рост величины зерна приводит к уменьшению прочности. Но возможны случаи, когда при росте зерна упрочнение возрастает за счет выделения частиц второй фазы при нагреве, т. е. упрочнение за счет процесса старения компенсирует разупрочнение за счет роста зерна. Тогда термическая устойчивость прочности может возрастать. В определенных случаях, например, при нагреве для испытаний на сверхпластичность, под термической стабильностью однозначно понимается ограничение роста

* Ниже приведены экспериментальные данные разных авторов, полученные за последние годы. Обобщенные результаты еще не опубликованы.

зерна, так как упрочнение приводит к ухудшению показателей сверхпластичности.

Основные закономерности изменения структуры металлических материалов при нагреве после интенсивной пластической деформации изучены в работах Р.З. Валиева, В.Н. Чувильдеева и М.В. Дегтярева с сотр. Во-первых, это снижение температуры начала рекристаллизации t_p^H на $0,1...0,2T_m$ по сравнению с обычными металлами. При изучении зависимости t_p^H от степени деформации в УМЗ металлах было обнаружено, что при повышении степени деформации t_p^H сначала, как обычно, понижается, а затем, при достижении определенной степени деформации, наблюдается ее повышение.

Во-вторых, это необычный характер роста зерен в УМЗ металлах при их отжиге. Экспериментальные исследования показали, что процесс рекристаллизации в УМЗ металлах имеет двухстадийный характер. На первой стадии при температурах, близких к t_p^H , наблюдается аномальный рост зерен. Например, в меди на фоне стабильной УМЗ матрицы с размером зерна $d \sim 0,2$ мкм начинают расти отдельные зерна, достигающие размера $\sim 1...5$ мкм, т.е. на порядок превышающего средний размер зерен матрицы. Объемная доля таких зерен растет по экспоненциальному закону. По мере того как крупные зерна охватывают весь объем материала, аномальный их рост сменяется обычной собирательной рекристаллизацией.

Большинство исследователей считают рост зерен с большеугловой разориентировкой при нагреве УМЗ металлов после ИПД первичной рекристаллизацией в основном из-за наличия инкубационного периода при таком росте. Но вероятнее, рост зерен УМЗ металлов соответствует собирательной рекристаллизации, а формирование зерен с большеугловой разориентировкой в ходе холодной интенсивной деформации есть первичная рекристаллизация, так как является заменой старых зерен новыми. Наличие инкубационного периода собирательной рекристаллизации, как считает В.Н. Чувильдеев с сотр., обусловлено возвратом неравновесных границ зерен, содержащих внесенные при предварительной деформации дефекты.

Рост зерен при нагреве УМЗ структуры зависит от однородности такой структуры, которая, в свою очередь, опреде-

ляется степенью деформации. Формирование смешанной субзеренной (ячеистой)- структуры при недостаточно высокой степени деформации может являться причиной аномального роста отдельных зерен и сильного понижения τ_p^n . Увеличение степени ИПД в определенных пределах приводит к формированию однородной зеренной структуры, более стабильной к последующим нагревам (М.В. Дегтярев с сотр.).

Некоторые возможные пути повышения термической устойчивости нано- и субмикрокристаллических (СМК) материалов, полученных интенсивной пластической деформацией кручением под давлением ≈ 6 ГПа:

1. Легирование.
2. Распад пересыщенного твердого раствора.
3. Высокотемпературная ИПД.
4. Формирование УМЗ структуры сотового типа с уравниваемыми тройными стыками.

Влияние легирования на термическую устойчивость ИПД материалов. Легирование обычно способствует повышению термической устойчивости из-за:

- замедления диффузии;
- уменьшения энергии дефектов упаковки;
- инициирования фазовых превращений.

Разделить влияние диффузии и энергии дефектов упаковки на термическую стабильность достаточно трудно. Например, термическая стабильность субмикрокристаллического арможелеза (размер зерна 200 нм) значительно ниже, чем СМК ферритной стали 0,08 % С–18 % Сг–Ті (размер зерна 150 нм), имеющей такую же о.ц.к. решетку и меньшие коэффициент диффузии и энергию дефекта упаковки (С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина и др.).

Увеличение легирования и микролегирования азотом аустенитной стали 0,05 % С–15 % Сг–9 % Ni–Cu–Ті–Мо–V–N способствует сохранению размера зерна 40 нм, полученного ИПД кручением при комнатной температуре, при нагреве на 500 °С, в то время как в СМК аустенитной стали 0,08 % С–18 % Сг–10 % Ni–Ті такой нагрев приводит к росту зерна с 50 до 250 нм (С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина и др.).

Выявлено, что в материалах с малой энергией дефектов упаковки нанокристаллическая структура образуется, в основном, в полосах сдвига, а в материалах с большой энергией

дефектов упаковки — через ячеистую структуру. Причем в последнем случае размер нанозерна больше.

Различие в диффузии и энергии дефектов упаковки в материалах с различным легированием обуславливает их влияние на термическую стабильность и через различие в исходной (перед нагревом) величине зерна. В ходе интенсивной деформации при комнатной температуре легирование способствует получению меньшего зерна за счет замедления диффузии (а диффузия под высокими давлениями идет даже при комнатной температуре), меньшей величины энергии дефектов упаковки, а также из-за больших деформирующих напряжений. Например, при ИПД кручением при комнатной температуре последовательное увеличение содержания Sc в двойных сплавах Al—Sc (0; 0,14; 0,4; 0,55 %) приводит к последовательному уменьшению зерна: 660, 570, 370, 280 нм (С.В. Добаткин, В.В. Захаров и др.). Так же, как и в случае увеличения содержания Mg в сплавах Al—Mg—Sc—Zr. Аналогичная закономерность была обнаружена и при РКУ-прессовании в сплавах Al—Mg—0,2 % Sc. Увеличение содержания Mg с 0 до 3 % приводило к уменьшению величины зерна с 700 до 200 нм (З. Хорита, Т. Лэнгдон и др.).

Увеличение легирования может приводить к фазовым превращениям, в частности, к выделению второй фазы, способствующей повышению термической устойчивости. Например, выявлено повышение термической устойчивости упрочнения в сплавах Al—Sc с различным содержанием Sc и в сплавах Al—Mg—Sc—Zr с различным содержанием Mg за счет выделения частиц Al_3Sc при 300 °C (С.В. Добаткин, В.В. Захаров и др.). Упрочнение от старения всех сплавов Al—Mg—Sc—Zr при нагреве на 300 °C компенсирует разупрочнение от роста зерен при нагреве с 50...150 нм до 400...600 нм.

Влияние распада пересыщенного твердого раствора на термическую устойчивость ИПД материалов. Создать пересыщенный твердый раствор можно, во-первых, быстрым охлаждением высокотемпературной фазы, во-вторых — растворением частиц второй фазы в ходе низкотемпературной пластической деформации. Возможность растворения частиц цементита Fe_3C была показана при холодной прокатке углеродистых сталей с большими степенями (В.Г. Гаврилюк и др.). В последнее время при низкотемпературном кручении под давлением получены ре-

зультаты о растворении интерметаллидов в аустенитном сплаве (В.В. Сагарадзе и др.), алюминидов Zr в быстрозакаленных сплавах Al-Zr (И.Г. Бродова и др.), частиц Al_3Zr и Al_3Mg_2 в сплаве Al-Mg-Sc-Zr (Т. Унгар, С.В. Добаткин и др.), карбидов в закаленной низкоуглеродистой стали 0,2 % C-Mn-B (М.В. Дегтярев и др.) и полном растворении цементита Fe_3C в высокоуглеродистой стали с 1,2 % C (Р.З. Валиев и др.). Растворение второй фазы накладывается на процесс наноструктурообразования, и вследствие этого распад твердого раствора при последующем нагреве должен способствовать стабилизации наноструктуры.

Распад пересыщенного твердого раствора можно инициировать до, во время и после интенсивной деформации. Классическим примером является термическая обработка пересыщенного твердого раствора алюминиевых сплавов перед горячей деформацией. Выделившиеся частицы второй фазы сдерживают рост рекристаллизованных зерен. Низкотемпературная интенсивная деформация может привести к растворению предварительно выделившихся частиц второй фазы одновременно с процессом наноструктурообразования. Последующий нагрев может привести к выделению дисперсных частиц и стабилизации наноструктуры. Следует отметить, что растворение частиц второй фазы и их способность к стабилизации зеренной структуры зависит от размера и доли выделившихся частиц. Например, в сплавах Al-Mg-Sc частицы Al_3Sc сдерживают рост зерна при размере не меньше 10 нм и не больше 60 нм (В.В. Захаров и др.).

Интенсивная деформация пересыщенного твердого раствора приводит к распаду непосредственно в ходе деформации, т. е. к деформационному старению, которое может способствовать стабилизации полученной структуры при нагреве. Например, при кручении под давлением 6 ГПа закаленного алюминиевого сплава Al-Cu-Mg (2024) при комнатной температуре было обнаружено деформационное старение, которое помогло дополнительному измельчению зеренной структуры при низкотемпературной интенсивной деформации: после КГД закаленного сплава 2024 размер зерна составил 50 нм, в то время как деформация отожженного сплава привела к большему размеру зерна — 120 нм (С.В. Добаткин, В.В. Захаров и др.). Деформационное старение не идет до конца, и после дефор-

мации наблюдалось естественное старение. Частичное деформационное старение после КГД при комнатной температуре привело к дополнительному упрочнению сплава 2024.

Как уже упоминалось ранее (на примере Al-Mg-Sc-сплава), распад твердого раствора при нагреве может приводить к повышению термической стабильности упрочнения за счет выделения частиц Al_3Sc при одновременном росте зерен.

Высокотемпературная ИПД. Зеренная структура, сформированная при горячей ИПД, должна быть устойчива при кратковременных повторных нагревах на те же температуры деформации. Размер зерна при этом переходит из нано- в субмикронный масштаб, но остается меньшим, чем после нагрева на эту же температуру наноструктуры, полученной в ходе холодной ИПД. Например, при ИПД кручением при 400 °C в сплаве Al-Mg-Sc 1570 формируется зерно размером 150–300 нм (С.В. Добаткин, В.В. Захаров и др.). Нагрев же на эту температуру нанокристаллического сплава 1570 приводит к росту зерна до 800...1000 нм.

Высокотемпературная ИПД может быть использована как предварительная перед испытаниями на сверхпластичность.

Формирование УМЗ структуры сотового типа с уравновешенными тройными стыками. Из общих представлений о росте кристаллитов следует еще один способ стабилизации зеренной структуры. Если в поликристаллическом материале получить структуру сотового типа с одинаковыми размерами кристаллитов и уравновешенными тройными стыками, то система может находиться в квазистабильном состоянии сколь угодно долго. В работах М.В. Дегтярева с сотр. при пластической сдвиговой деформации кручением под высоким квазигидростатическим давлением на чистом железе зонной плавки получена однородная микрокристаллическая структура с размером зерна 150 нм. Длительный низкотемпературный нагрев (200 °C, 64 ч) привел к возврату границ зерен и формированию равновесной зеренной структуры с углами в тройных стыках, близкими к 120°. Средний размер зерна увеличился незначительно – до 220 нм.

Высокая степень размерной однородности микрокристаллической структуры и отсутствие текстуры в сильно деформированном сдвигом под давлением материале затрудняют рост отдельных микрокристаллитов при нагреве. В этом случае повышение равновесности структуры происходит за счет совершен-

ствования границ и формы микрокристаллитов в условиях низкой скорости роста. Полученная совершенная однофазная структура проявляет высокую термическую стабильность при повышении температуры и увеличении длительности изотермического отжига, что может обеспечить высокий комплекс свойств (в том числе прочности и пластичности) такого микрокристаллического материала.

Библиографический список к главе 4

1. Жак К.М., Погребной Э.Н. // *МиТОМ*. 1974. — № 4. — 11 с.
2. Гуляев А.П. *Металловедение*. — М.: Металлургия, 1977. — 646 с.
3. Горелик С.С. и др. // *ФММ*. 1974. — Т. 37, вып. 5. — С. 990–998.
4. Gleiter H. // *Acta Metal.* 1973. — № 17. — 853 с.
5. Avrami M. // *Chem. Phys.* 1939. — V. 7, № 8. — P. 1103–1112; 1940. — V. 8, № 2. — P. 212–224; 1941. — V. 9, № 2. — P. 177–184.
6. Швиндлерман Л.С., Аристов В.В., Фридман Е.М. // *ФММ*. 1973. — Т. 35, вып. 4. — С. 859–863.
7. Архаров В.И. // *ФММ*. 1961. — Т. 12, вып. 2. — С. 223–228.
8. Lucke K., Stuwe H.P. // *Acta Metal.* 1974. — № 19. — 1087 с.
9. Горелик С.С. *Производство и обработка стали и сплавов*. — М.: Металлургиздат, 1960. — (МИСиС, сб. № 39). — С. 381–399.
10. Бернштейн М.Л. *Термомеханическая обработка металлов и сплавов*: Ч. 1, 2. — М.: Металлургия, 1968. — 1171 с.
11. Трусов А.И., Холмянский В.А. *Островковые металлические пленки*. — М.: Металлургия, 1973. — 321 с.
12. Барабанов С.П., Горелик С.С., Сагалова Т.Б., Сафонов Ю.С. *Металлофизика*: Вып. 61. — Киев: Наукова думка, 1975. — С. 92–96.
13. Бабич В.К., Пирогов В.А. // *Взаимодействие между дислокациями и атомами примесей в металлах и сплавах*. — Тула.: Тульский политехн. ин-т, 1969. — С. 251–256.
14. Мак Лин Д. *Границы зерен в металлах*. — М.: Металлургиздат, 1960. — 322 с.
15. Smith C.H. // *Trans. AJME*. 1998. — V. 175. — P. 15–51.
16. Serebryakov A.V., Redkova // *Phys. Stat. Solid.* 1971. — V. 5, № 2. — P. 105–107; 1972. — V. 14. — P. 71–81.
17. Гегузин Я.Е., Кривоглаз М.Л. *Движение макроскопических включений в твердых телах*. — М.: Металлургия, 1971. — 344 с.
18. Гегузин Я.Е., Клиничук Ю.М. // *ФММ*. 1974. — Т. 37, вып. 5. — С. 1099–1101.
19. Ashby M.F., Centamore R.M. // *Acta Metal.* 1968. — V. 15. — P. 1081–1092.
20. Speight M.V., Greenbud G.M. // *Phys. Mag.* 1964. — № 2. — P. 683–689.
21. Горелик С.С., Барабанов С.П. и др. // *ФММ*. 1974. — Т. 37, вып. 7. — С. 990–998.

Глава 5

ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ НА ТЕМПЕРАТУРНЫЙ УРОВЕНЬ И СКОРОСТЬ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛОВ И ОДНОФАЗНЫХ СПЛАВОВ

Знание закономерностей влияния химического и фазового состава на температурный уровень и скорость рекристаллизации металлов и сплавов является одной из важнейших практических задач учения о рекристаллизации (гл. 1 [1]). Это особо важно для случаев:

- установления режимов разупрочнения деформированных (наклепанных) материалов, когда технология включает неоднократно чередующиеся стадии деформации и разупрочнения;
- разработки жаропрочных сплавов (уровень жаропрочности тем выше, чем выше температура рекристаллизации);
- выбора критерия для объективной оценки склонности материала к рекристаллизации. Этот вопрос сложен в связи с многофакторностью процесса рекристаллизации. Начало отжига и кинетика рекристаллизации определяются, прежде всего, характером исходной дислокационной структуры, а она зависит от большого числа факторов.

Чаше других используются для сравнения такие характеристики, как температура начала t_p^n и конца t_p^k рекристаллизации, определяемые структурными методами, температурой половинного разупрочнения, скоростью образования и роста центров рекристаллизации, энергией активации рекристаллизации. Последняя характеристика особенно широко используется зарубежными исследователями, не учитывающими при этом, является ли определяемая энергия активации истинной или эффективной.

Любая из перечисленных характеристик может быть использована для сравнения только при соблюдении ряда одинаковых предварительных условий, таких, как температура, скорость и степень деформации, одинаковое фазовое состояние, для чистых металлов — степень их чистоты от примесей и др.

Влияние температуры деформации. Fe и Ni высокой степени чистоты, деформированные на большие степени при 78 К, рекристаллизуются при 20 °С, а деформированные на такую же степень при комнатной температуре — при 325 °С.

На t_p^H кроме степени и температуры деформации влияет и длительность нагрева τ_p^H . Она носит затухающий характер:

$$\tau_p^H = \tau_0 \exp (Q/RT_p^H), \quad (5.1)$$

поэтому склонность к рекристаллизации практически оценивают при изохронных отжигах продолжительностью от 1 до 3 ч.

Значения энергии активации для двух стареющих и одного однофазного сплавов на основе никеля зависят от того, в каком интервале температур они определяются (рис. 5.1). Максимальные значения эффективной энергии активации Q приходится на температурный интервал, часть которого соответствует двухфазной области, а часть — однофазной, в середине которой идет старение, а в верхней части — растворение выделившихся частиц. В случае она намного больше, чем для однофазных сплавов. В чистых металлах Q изменяется из-за того, что начало рекристаллизации связано с поперечным скольжением и переползанием дислокаций, а ее скорость зависит от концентрации вакансий.

Таким образом, энергия активации, с одной стороны, зависит от величины энергетического барьера, который должен быть преодолен для реализации процесса, а с другой — от температурной зависимости скорости процесса. Чем больше эта зависимость в данном температурном интервале, тем больше значение Q .

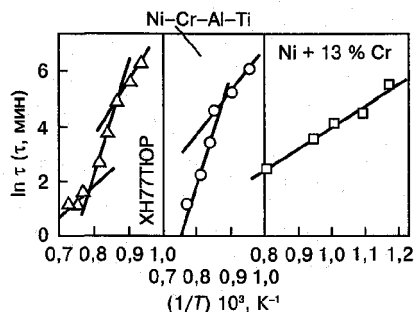


Рис. 5.1. Зависимость логарифма времени начала рекристаллизации от $1/T$ двух стареющих сплавов и одного однофазного (справа) на основе никеля

5.1. Температурный уровень рекристаллизации (t_p^H) металлов

А.А. Бочвар в 1927 г. отметил, что температурный уровень рекристаллизации технически чистых металлов должен составлять некоторую долю от температуры плавления. Он исходил из того, что оба процесса связаны необходимостью разрыва связи атома с соседними атомами в исходном состоянии. Ясно, что энергия, необходимая для разрыва связей при плавлении, должна быть большей, чем при рекристаллизации, когда меняется только координация во взаиморасположении атомов в ближайшей координационной сфере.

Температуре плавления соответствует определенная частота колебания атомов $f_{пл}$:

$$f_{пл} = C_{пл} (1/a_{пл}) \sqrt{T_{пл}/M}, \quad (5.2)$$

где C — постоянная; M — атомная масса; $a_{пл}$ — максимальное отклонение атомов для разрыва связи при плавлении. Соответственно

$$f_p = C_p (1/a_p) \sqrt{T_p/M}. \quad (5.3)$$

Поделив уравнения (5.3) и (5.2), получаем

$$a_p/a_{пл} = C' \sqrt{T_p/T_{пл}} \text{ или}$$

$$m/n = C' \sqrt{T_p/T_{пл}}, \text{ откуда}$$

$$T_p = \delta T_{пл},$$

где δ — коэффициент.

А.А. Бочвар тогда же отмечал, что эта зависимость не является строгой, она не исходит из механизма процесса, который тогда еще не был ясен. Кроме того, «металл технической чистоты» понятие очень расплывчатое по количеству и типу примесей.

Уже ранее было известно, что t_p^H в значительном интервале температур зависит от длительности нагрева (рис. 5.2, а) и степени деформации (рис. 5.2, б). Поэтому А.А. Бочвар ого-

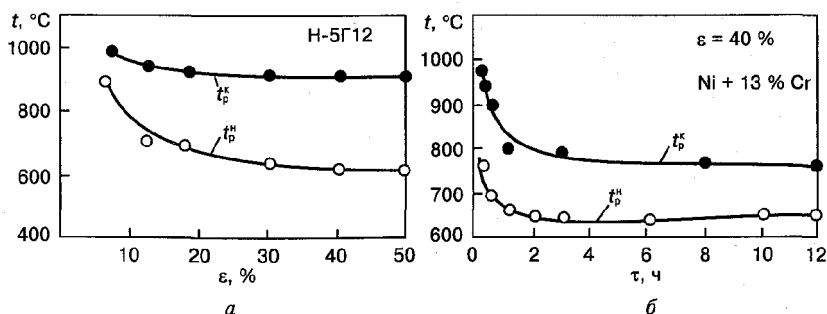


Рис. 5.2. Зависимость t_p^H и t_p^K от степени пластической деформации и продолжительности отжига для однофазных сплавов на основе никеля

ворил, основываясь на имеющихся публикациях, что для больших степеней деформации и длительности нагрева 1...3 ч δ имеет не строго определенное, а ориентировочное значение: $T_p/T_{пл} = \delta = 0,35...0,40$, и для металлов высокой чистоты она должна быть $< 0,35$, а с большим содержанием примесей — $> 0,4$.

Однако значение $T_p/T_{пл} \approx 0,4$ для ориентировочных оценок сохранило свое значение, а сама идея сопоставления отношения $T_p/T_{пл}$ для оценки температурного уровня рекристаллизации, а значит, и для уровня радикального разупрочнения деформированных металлов и сплавов в разных состояниях сохраняет свое значение и в настоящее время.

Современные представления, рассмотренные в главах 3 и 4, свидетельствуют о том, что температура рекристаллизации зависит прежде всего от характера дислокационной структуры, сформировавшейся после деформации, и ее стабильности, которые, в свою очередь, зависят от степени, температуры и скорости деформации, от природы деформируемого материала (типа и прочности химических связей, типа решетки, величины энергии дефектов упаковки, фазового состава и т. д.). Особенно резко, кроме степени чистоты, сказывается температура и степень деформации. Это означает, что значение t_p^H и его доля от температуры плавления — величины очень многофакторные. Однако до появления дислокационных представлений считалось, что влияние примесей на t_p^H определяется каким-либо одним основным фактором, а представления разных исследователей расходились только в том, какой фактор является основным.

Наиболее вероятным называли один из следующих факторов влияния примесей:

- на диффузионную подвижность атомов металла матрицы;
- на прочность межатомных связей матрицы;
- на зернограничную энергию;
- на структуру в деформированном состоянии (на упрочнение), зависящее, прежде всего, от типа кристаллической решетки и энергии дефектов упаковки — $\gamma_{\text{ду}}$.

Одним из наиболее убедительных доводов против того, что один из приведенных факторов является определяющим для всех металлов и примесей, является то, что для абсолютного большинства исследованных двойных систем $A-B$ эффект повышения t_p^H имеет место как при растворении A в B , так и при растворении B в A (рис. 5.3).

Определяющее влияние типа решетки опровергается данными для никеля и нихрома (г.ц.к. решетка). Прирост твердости в никеле при увеличении степени деформации от 10 % до 40 % составил 35 HRB, а у нихрома при такой же обработке только 20 HRB, тогда как t_p^H у никеля снизилась на 175 °C, а у нихрома только на 100 °C.

Таким образом, каждый из приведенных выше факторов, видимо, действительно играет значительную роль, но не универсальную, а при определенных условиях: концентрации, конкретных условиях деформации и др.

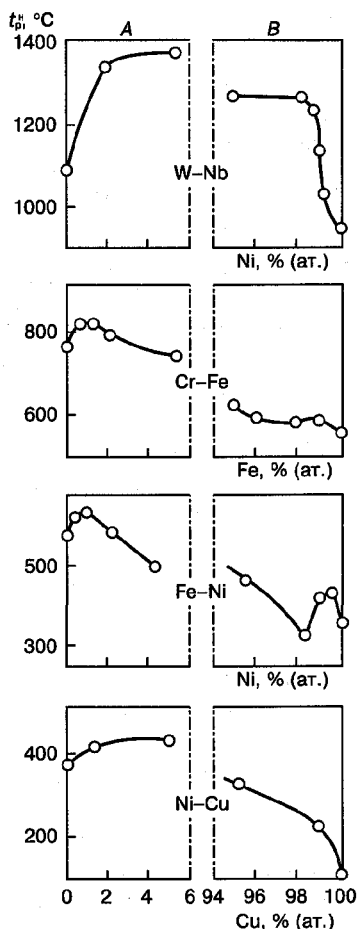


Рис. 5.3. Взаимное влияние элементов $A-B$, неограниченно растворимых друг в друге на температуру начала рекристаллизации ($\varepsilon = 25\%$)

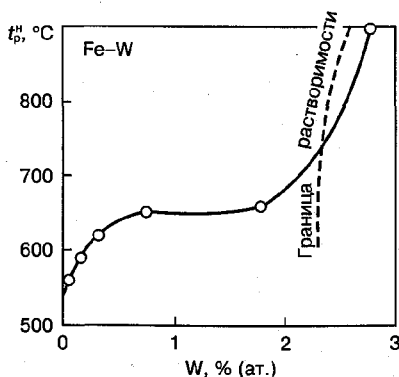


Рис. 5.4. Концентрационная зависимость t_p^H сплавов системы Fe-W (В.И.Иверонова)

В.И. Иверонова (рис. 5.4) обратила внимание на то, что зависимость t_p^H от концентрации второго компонента для данной двойной системы не является монотонной. В частности, в области concentra-

ции твердых растворов вблизи перехода в двухфазную область всегда имеет место подъем t_p^H . Однако механизм этого повышения оставался неясным.

Отсюда следует, что понять общие закономерности влияния состава сплавов и условий деформации на t_p^H можно только с учетом влияния совокупности разных факторов.

Ниже рассмотрены закономерности влияния на t_p^H сплавов на основе большого количества металлов отдельно в однофазных областях с малой и большой концентрацией второго компонента и в двухфазных областях в пересыщенных твердых растворах.

5.2. Закономерности влияния на t_p^H малых концентраций примеси

На рис. 5.5–5.8 показаны обобщенные данные о концентрационной зависимости t_p^H для двойных сплавов на основе железа (рис. 5.5), никеля (рис. 5.6), меди (рис. 5.7), хрома (рис. 5.8).

Общий характер зависимостей в основном совпадает с установленными ранее, но в то же время полученные результаты позволяют внести ряд существенных уточнений и объяснить установленные закономерности.

1. Малые концентрации никогда не понижают t_p^H металла растворителя. В абсолютном большинстве случаев они повышают ее и в редких случаях оставляют неизменной.

2. Наиболее резко повышают t_p^H малорастворимые добавки с большой разницей в размере атомных радиусов, с другим типом решетки (см. данные для систем Cu–Ti, Cu–Sn, Cr–W,

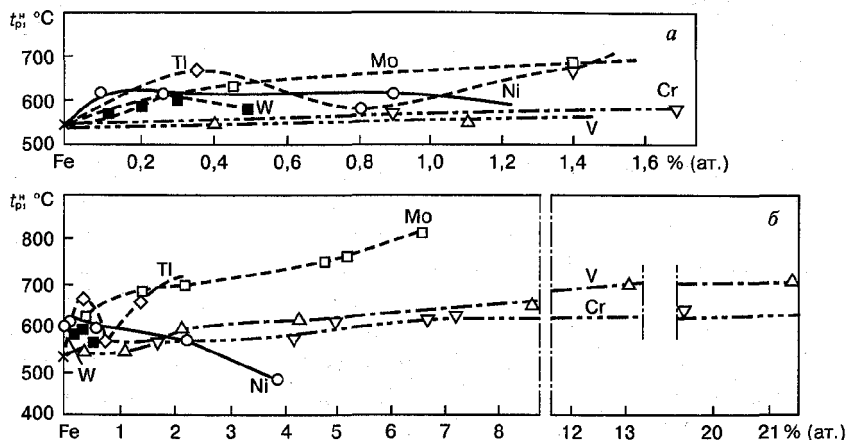


Рис. 5.5. Концентрационная зависимость t_p^H двухкомпонентных сплавов на основе железа:
 а — область малых концентраций; б — область больших концентраций

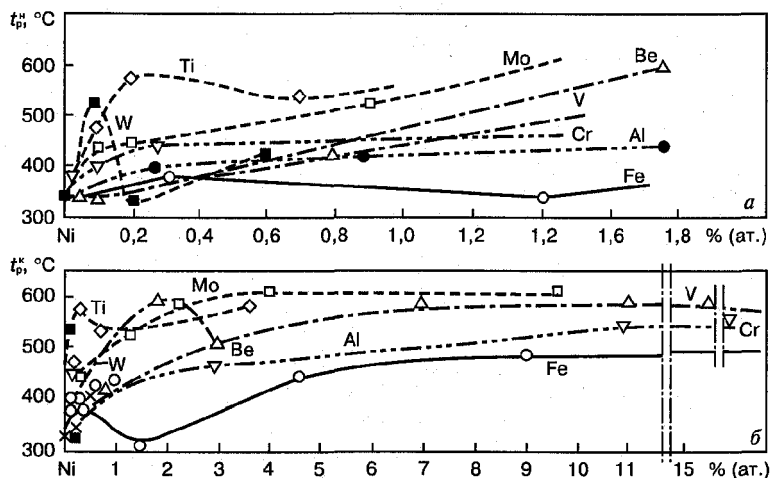


Рис. 5.6. Концентрационная зависимость t_p^H двойных сплавов на основе никеля (ε = 50 %). Сплавы с малой (а) и большой (б) концентрацией второго компонента

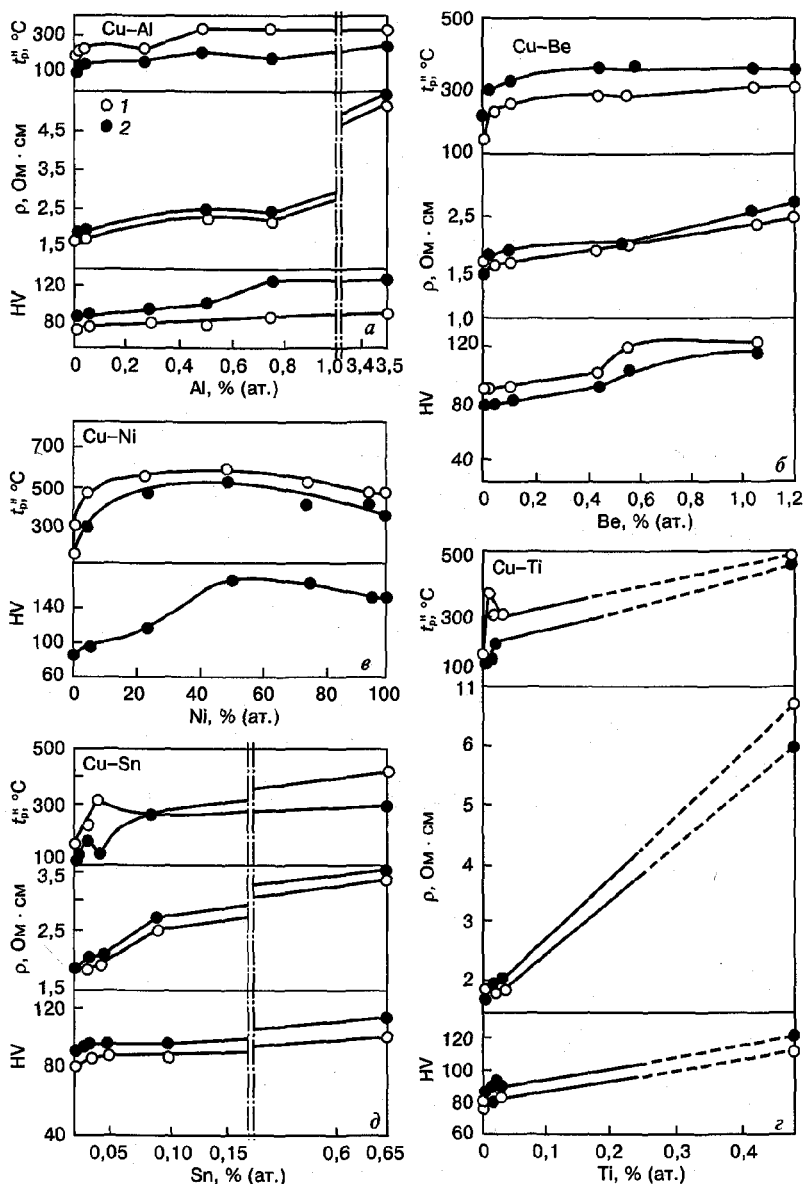


Рис. 5.7. Зависимость t_p^n , ρ и HV от концентрации двойных однофазных сплавов на основе меди:

1 — после деформации на 20 %; 2 — после деформации на 50 %

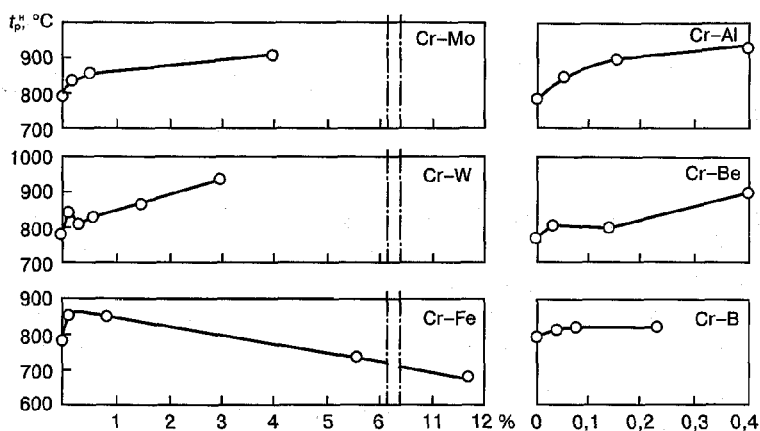


Рис. 5.8. Зависимость t_p^H однофазных двухкомпонентных сплавов на основе хрома от содержания второго компонента

Ni-W). Введение сотых долей процента таких добавок повышают t_p^H на $\approx 200^\circ$ и больше.

3. Влияние малых концентраций неконтролируемых добавок проявляется в более резком повышении t_p^H в металлах открытой выплавки (в силу повышенной газонасыщенности) по сравнению с металлами, выплавленными в вакууме (табл. 5.1).

4. Совместное введение нескольких элементов, каждый в количествах, соответствующих первому максимуму на кривой $t_p^H = f(C)$ для данного металла растворителя, как правило, дает эффект повышения t_p^H не больший, чем от введения одной, наиболее сильно действующей добавки.

5. С увеличением концентрации второго компонента до нескольких сотых, а иногда десятых долей процента, ход кривой $t_p^H = f(C)$ меняется. Рост t_p^H чаще всего становится более слабым, чем до первого максимума, а во многих системах t_p^H даже начинает снижаться по сравнению с первым максимумом, а при еще больших концентрациях часто вновь возрастает.

Таблица 5.1. Зависимость t_p^H Ni и Fe от метода выплавки

Метод выплавки	Ni		Fe	
	t_p^H , °C	$T_p/T_{пл}$	t_p^H , °C	$T_p/T_{пл}$
В вакуумной печи	300	0,32	375	0,36
В открытой индукционной печи	550	0,45	500	0,46

ет, но более полого. Причем снижение t_p^H , как правило, сильнее проявляется в тех системах, в которых первый максимум был особенно велик (т. е. для сплавов систем с малой растворимостью) (системы Ni-W, Cu-Ti, Cu-Sn).

Объяснения механизма приведенных закономерностей у разных авторов различны. Рассмотрим те, которые представляются наиболее обоснованными.

При анализе нужно выяснить, какой из двух основных процессов — формирование центров рекристаллизации перераспределением дислокаций или их рост миграцией границ — более подвержен влиянию малых концентраций примеси и является определяющим в повышении t_p^H .

Некоторые авторы [2, 3], отмечая сложность экспериментального выявления процесса зародышеобразования, вместе с тем без достаточного основания, принимают, что основное влияние примеси оказывают на процессы миграции границ, т. е. на процессы роста.

Естественно предположить, что влияние малых добавок связано с задержкой формирования центров рекристаллизации и их роста упругим, а возможно, и химическим взаимодействием примесных атомов с дислокациями и границами.

Чужеродные атомы под воздействием упругих полей вокруг дислокаций должны стремиться в околосдислокационные области и образовывать там примесные атмосферы («облака»). По Коттреллу, притяжение примесных атомов должно быть тем сильнее, чем больше величина напряжений вокруг дислокаций, и в то же время, чем больше различаются радиусы добавки и растворителя. Атомы примеси уменьшают искажение решетки и поле напряжений, образуя «облако» вокруг дислокаций, и тем самым — подвижность дислокаций. В том случае, когда такое взаимодействие происходит между примесными атомами и индивидуальными дислокациями или дислокационными сетками, оно должно сказаться на перераспределении дислокаций, т. е. привести к задержке формирования центров рекристаллизации.

Подтверждением того факта, что торможение рекристаллизации малыми примесями вызвано прежде всего их упругим взаимодействием с дислокациями, могут служить результаты, полученные в работе [1]. Изучалось влияние малых добавок алюминия и бериллия на возврат и рекристаллизацию чистой меди. Состав исследованных сплавов приведен в табл. 5.2.

Таблица 5.2. Влияние малых добавок алюминия и бериллия на электросопротивление меди

Номер сплава	Состав, % (ат.)	$\Delta R_{\text{табл.}}$, А	$\Delta R_{\text{эксп.}}$, А	ρ при 78 К, мк-Ом/см	$\Delta \rho^*$
1	Cu(99,995%)	—	—	0,208	$0,020 \pm 0,01$
2	Cu + 0,04 Al	+ 0,15	+ 0,09	—	—
3	Cu + 0,02 Al	+ 0,15	+ 0,09	0,449	$0,024 \pm 0,01$
4	Cu + 0,04 Be	— 0,14	— 0,11	—	—
5	Cu + 0,2 Be	— 0,14	— 0,11	0,399	$0,019 \pm 0,01$

*После деформации 14 %.

Как видно из таблицы, разности атомных радиусов примесей алюминия и бериллия и основы ($\Delta R = R_{\text{Cu}} - R_{\text{прим}}$) примерно одинаковы по величине, но различаются знаком. Это хорошо согласуется с тем фактором, что упругие напряжения вокруг краевой дислокации над линией дислокации и под ней различаются по знаку. Однако известно, что при образовании твердых растворов возможно существенное изменение атомных, точнее ионных радиусов, что необходимо учитывать.

Важно подчеркнуть еще одно обстоятельство. В некоторых работах значения $\Delta r_{\text{р}}^{\text{н}}$ ошибочно сопоставляются с табличными значениями атомных радиусов, взятых для разных координационных чисел. Но даже табличными данными, взятыми для одного координационного числа, можно пользоваться лишь в первом приближении. Правильным является пользование фактическими или эффективными атомными радиусами и разностью $\Delta R_{\text{эксп}}$, которые следует определять экспериментально.

В табл. 5.2 наряду с табличными значениями $\Delta R_{\text{табл}}$ приведены и величины $\Delta R_{\text{эксп}}$ по данным R.W. Cahn. Разница весьма существенна: если по табличным данным абсолютная величина ΔR для бериллия несколько меньше, чем для алюминия, то эффективное значение $\Delta R_{\text{эксп}}$ для бериллия даже больше, чем для алюминия.

Помимо характера распределения микродеформаций, размера областей когерентного рассеяния и начала рекристаллизации, изучали изменение деформационного прироста электросопротивления $(\rho_{\text{отож}} - \rho_{\text{рекр}})/(\rho_{\text{деф}} - \rho_{\text{рекр}}) = \Delta \rho/\rho_0$ при отжиге после холодной деформации.

Абсолютные значения ρ для меди и сплавов 3 и 5, а также деформационного прироста ρ приведены в табл. 5.2.

На рис. 5.9 показано изменение $\Delta\rho/\rho_0$ исследованных материалов после отжига при разных температурах. Стрелками указаны температуры рентгенографически найденного начала рекристаллизации (t_p^H).

Ниже приведены значения t_p^H и показано, как уменьшается деформационный прирост электросопротивления $(1 - \Delta\rho/\rho_0) \times 100\%$ к моменту начала рекристаллизации:

Номер сплава	1	2	3	4	5
t_p^H , °C ($\tau = 40$ мин)	120–140	180–200	180–200	220–240	240–260
$(1 - \Delta\rho/\rho_0) 100\%$	7,5–10	11–12,5	7,5–10	15,5–20	25,5–37

Малые добавки бериллия значительно сильнее задерживают начало рекристаллизации меди, чем добавки алюминия. В то же время в сплавах с бериллием деформационный прирост электросопротивления уменьшается к началу рекристаллизации в значительно большей степени, чем в сплавах Cu + Al (~30 % в сплаве 5 и ~9 % в сплаве 3, табл. 5.2). Это означает, что к моменту появления первых рекристаллизационных областей общее уменьшение концентрации дефектов в сплавах меди с бериллием примерно в три раза больше, чем в сплавах с алюминием.

Кривые $\Delta\rho/\rho_0 = f(t)$ для сплавов Cu + Al имеют два участка. Первый связан с уменьшением электросопротивления при возврате, второй — при рекристаллизации. Эти участки разделены площадкой, обусловленной замедлением спада электросопротивления в конце возврата.

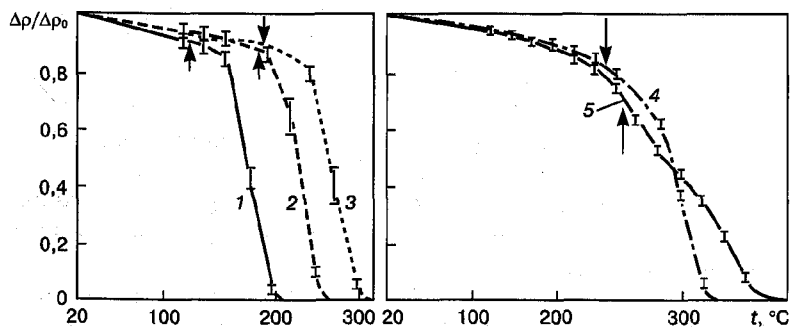


Рис. 5.9. Изменение деформационного прироста электросопротивления при нагреве меди и сплавов на ее основе. Цифры у кривых — номера сплавов (см. табл. 5.2)

В сплаве Cu + Be спад электросопротивления происходит более плавно, заметного разделения на две стадии не видно.

Рентгеноструктурный анализ показал, что до температуры начала рекристаллизации существенного перераспределения дислокаций в сплавах Cu + Al не происходит. Это перераспределение возникает и быстро развивается непосредственно перед началом рекристаллизации и приводит к скачкообразному изменению характера распределения микродеформаций и укрупнению областей когерентного рассеяния $d_{\text{ког}}$.

В сплавах Cu + Be некоторое изменение дислокационной структуры и слабый рост $d_{\text{ког}}$ наблюдается и при температурах ниже t_p^H , но в данном случае происходит дополнительный скачкообразный рост областей $d_{\text{ког}}$.

Эти результаты можно интерпретировать следующим образом. Дислокации и малоугловые границы, окруженные облаками из чужеродных атомов, могут двигаться или отрываясь от облаков, или вместе с этими облаками, которые тогда должны перемещаться диффузионным путем.

Исследования концентраций алюминия и бериллия в меди показали, что коэффициент диффузии при 200 °C для алюминия на два порядка меньше, чем для бериллия ($1,3 \cdot 10^{-19}$ и $2,3 \cdot 10^{-17}$ соответственно). В таком случае за 40 мин при 200 °C дислокация с облаком из атомов алюминия успеет пройти путь около 2 Å, т. е. практически останется неподвижной, в то время как дислокация с облаком из атомов бериллия переместится на расстояние 100 Å, а при 260 °C — около 0,5 мкм.

Отсюда следует, что, если бы дислокации перемещались вместе с облаком, температура начала рекристаллизации сплавов Cu—Al была бы выше, чем сплавов Cu—Be. Однако эксперимент показывает обратное. Поэтому можно предполагать, что формирование центров рекристаллизации, связанное с перераспределением дислокаций, происходит в сплавах Cu—Al после отрыва дислокаций и малоугловых границ от облаков примесных атомов. Этот отрыв становится возможным при температуре ~ 200 °C.

В сплавах Cu—Be благодаря высокой диффузионной подвижности бериллия уже начиная с температуры ниже t_p^H сплава Cu + 0,2 Al становится возможным перемещение дислокаций вместе с окружающими их облаками из атомов бериллия.

Это подтверждается и рентгеновскими данными о некотором увеличении размера областей когерентного рассеяния и перераспределении микродеформаций, а кроме того, более интенсивным, чем в сплавах Cu-Al, спадом электросопротивления до наступления рекристаллизации.

Однако начало собственно рекристаллизации и в сплавах Cu-Be определяется движением свободных дислокаций скольжением и переползанием. В пользу этого говорит скачкообразное изменение характера микродеформаций и величины областей когерентного рассеяния при переходе к температуре начала рекристаллизации.

Следовательно, торможение примесями рекристаллизации меди связано главным образом с задержкой стадии формирования центров рекристаллизации, а не их роста миграцией границ.

Смарт и Смит [4], положившие начало исследованию влияния малых добавок на кинетику рекристаллизации чистых металлов, изучали влияние растворимых добавок на температуру, при которой твердость уменьшается вдвое (эту температуру они принимали за температуру начала рекристаллизации), и на электропроводность меди. Авторы впервые установили отчетливую корреляцию между повышением примесью указанной температуры и разностью атомных радиусов металла основы и примеси. Однако в этой работе были также обнаружены некоторые исключения из общего правила.

Связь между Δt_p^H и разностью атомных радиусов была подтверждена и в ряде последующих исследований.

На рис. 5.10 приведены данные о приросте температуры рекристаллизации чистых металлов при введении в них малых добавок в функции абсолютной разности атомных радиусов (табличных и эффективных) и добавки для большой группы никелевых, медных, хромовых и железных сплавов, при этом для $\Delta R_{эф}$ линейный характер зависимости соблюдается более строго.

Вместе с тем, как и в исследовании Смарта и Смита, имеются и заметные отклонения от линейной зависимости. Они относятся к элементам, которые, несмотря на большое значение ΔR , хорошо растворяются в матрице — до 10 % и более (например, алюминий в меди, медь в никеле) и в еще большей мере — к элементам с атомным радиусом, значительно

меньшим, чем у растворителя (например, бериллий в меди, бериллий в никеле).

А.А. Бочвар и Н.Е. Меркурьев еще в 1930 г. при изучении склонности к рекристаллизации двойных твердых растворов на основе олова обратили внимание на связь между эффективностью торможения примесью рекристаллизации и растворимостью примеси. Торможение оказалось тем сильнее, чем меньше растворимость примеси в олове. Позднее эта корреляция была подтверждена многими авторами.

В.И. Елагин изучал влияние небольших добавок металлов переходных групп 4-го и 5-го периодов на t_p^H технического алюминия (А7). Он установил, что особенно резкое повышение вызывают примеси малорастворимых металлов (Zr, Fe, Cr и др.). Влияние этих примесей тем больше — чем больше их атомный радиус отличается от атомного радиуса алюминия, особенно в сторону увеличения. Исключение составил лишь никель, который малорастворим в алюминии и не образует в нем пересыщенного твердого раствора. Введение никеля практически не изменило t_p^H алюминия.

Резкое повышение t_p^H малым количеством растворимых примесей нельзя приписать изменению сил межатомных связей и диффузионной подвижности атомов матрицы.

Олсен [5] исследовал влияние большой группы примесей на t_p^H высокочистого никеля. Примеси были подобраны так, что включали элементы, хорошо растворимые в никеле (О, Мп, W), ограниченно растворимые (Si, Ti, Al) и с очень ограниченной растворимо-

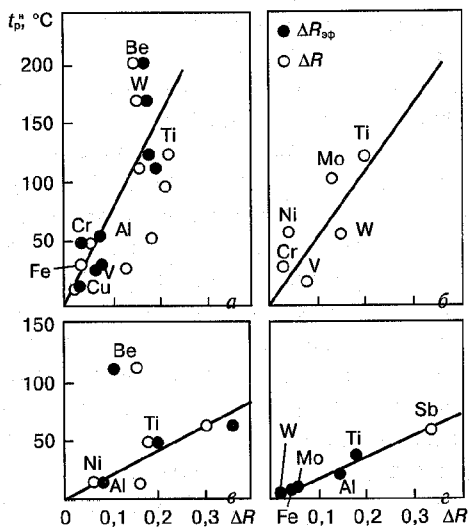


Рис. 5.10. Связь между приростом Δt_p^H чистых металлов при введении в них малых добавок и абсолютной разностью атомных радиусов ΔR металла, основы и добавки: а — никель; б — железо; в — медь, г — хром; $\Delta R_{эп}$ — экспериментальные данные; ΔR — табличные данные

Таблица 5.3. Влияние малых и больших концентраций растворенных примесей на рекристаллизацию никеля

Примесь	$\Delta R_{\text{ат}}, \text{\AA}$	Предельная растворимость, % (ат.)	Повышение, $t_p^H, ^\circ\text{C}$	Спад после максимума t_p^H
Cu	+0,080	100	10	—
Co	+0,051	30	40	40
Al	+0,057	10	60	—
Mo	+0,163	10	100	—
W	+0,182	4	100	150

стью (C, Mg, B, Zn). Наиболее резкое повышение дали элементы третьей группы, наименьшее — первой. Малая растворимость является, видимо, дополнительным фактором влияния большой разницы атомных радиусов на притяжение атомов примеси дислокациями под влиянием упругих напряжений. При большой растворимости вовлечение атомов примеси в околodислокационные и приграничные области ослаблено. Это показывают и данные табл. 5.3.

Таким образом, между растворимостью данного элемента и влиянием его малых количеств на t_p^H растворителя также существует определенная связь. Отсюда следует, что предположение о том, что перелом на кривой $t_p^H = f(C)$ после первого максимума связан с насыщением околodислокационных областей примесными атомами, является весьма обоснованным. Концентрация примеси, отвечающая указанному перелому, определяется величиной равновесной растворимости в объеме растворителя. Чем меньше равновесная растворимость, тем сильнее выражена преимущественная растворимость малых добавок в дефектных местах кристаллической решетки.

Все сказанное выше относится к стадии зарождения центров рекристаллизации. Но начальная стадия рекристаллизации связана еще и с миграцией границ зародышей. При определенных условиях примеси оказывают тормозящее влияние на скорость миграции. Это влияние зависит от типа границы и ее подвижности.

Интересные результаты получены при исследовании характера распределения примеси в ходе рекристаллизации по границам и объему зерен с использованием метода автордиографии. В работе [6] изучали распределение изотопа серебра ^{110}Ag в олове в ходе рекристаллизации. Было установлено, что не-

зависимо от того, было ли общее содержание серебра выше или ниже его предела растворимости в олове (0,02 %), изотоп ^{110}Ag после рекристаллизации располагался преимущественно по границам зерен и субзерен.

Отличающийся результат был получен С.З. Бокштейном и С.Т. Кишкиным с сотр. [7] при изучении роста зерен в железе, в котором границы зерен в исходном состоянии были обогащены радиоактивным углеродом. Металлографически после отжига (40 мин при 625 °C) наблюдалась новая сетка границ, тогда как углерод, по данным автораддиографии, остался в местах, соответствующих положению границ до отжига. После отжига в течение 30 мин при 700 °C часть углерода продиффундировала к новым границам, а после отжига 1 ч при 750 °C весь углерод оказался в новых границах.

Возможной причиной такого различия в поведении радиоактивных серебра и углерода является разница в скорости миграции границ зерен матрицы при рекристаллизации и примеси.

Скорость движения границы в общем случае равна:

$$V = M(P_{\text{дв}} - P_{\text{торм}}), \quad (5.4)$$

где M — подвижность границы, определяемая ее структурой; $P_{\text{дв}}$ — движущая сила миграции, обусловленная выигрышем энергии при переходе границы в новое положение; $P_{\text{торм}}$ — тормозящая сила, вызванная примесными атмосферами, либо дисперсными частицами.

Отсюда следует, что при обогащении примесями границ зерен (зародышей рекристаллизации) возможны два крайних случая при миграции этих зерен:

— движущая сила и скорость миграции границы малы, тогда граница при своем движении «тащит» за собой атомы примеси; следовательно, скорость миграции границы (зародыша рекристаллизации) лимитируется скоростью диффузии атомов примеси. Медленно диффундирующие примеси сильнее тормозят миграцию границы (рост зародышей рекристаллизации);

— движущая сила и скорость миграции границы высоки. Тогда скорость роста зародышей рекристаллизации определяется подвижностью (структурой) границы. Относительная концентрация примеси в границе тем больше, чем больше скорость диффузии примеси.

Таким образом, не имеющее практических исключений, повышение температуры рекристаллизации малыми концентрациями примеси связано с торможением скорости зарождения и их роста и весьма сложно по своей природе.

Недостаточно ясным остается вопрос о природе снижения t_p^n после первого максимума и об интенсивности этого снижения.

Если первый максимум t_p^n связан с насыщением атомами примесей околосдислокационных областей, то дальнейшее повышение концентрации примесей должно привести к их растворению в объеме кристаллитов. Причины снижения t_p^n тогда должны быть связаны с тем, что атомы, растворенные в объеме, так изменяют дислокационную структуру при деформации, что она снижает t_p^n . Механизм такого изменения структуры (особенно учитывая малое содержание примеси) еще недостаточно ясен.

Один из наиболее вероятных механизмов связан с тем, что растворение примеси в объеме уменьшает энергию дефектов упаковки. Это должно затруднить поперечное скольжение и динамическую стабилизирующую полигонизацию и облегчить формирование зародышей рекристаллизации.

Другой возможной причиной является то, что при этом уменьшается градиент концентрации примеси в примесных дислокационных облаках и в совершенных объемах, что ослабляет их блокирующее действие. Не исключено, что это явление связано с несколькими факторами.

5.3. Влияние больших концентраций примеси на t_p^n однофазных сплавов

Основные закономерности влияния больших концентраций примесей на t_p^n однофазных сплавов следующие.

1. При растворении больших количеств второго элемента t_p^n сплава, в отличие от малых концентраций, может в одних случаях повышаться, в других — понижаться. Повышение t_p^n вызывают элементы со значительно более высокой температурой плавления. В случае сплавов на основе никеля это металлы переходных групп, находящиеся в середине периодов — Mo, Ti, V, Cr; на основе железа — W, Mo. Понижение t_p^n вызывают элементы с температурой плавления существенно более низкой, чем у металла основы.

2. Интенсивность изменения t_p^H на 1 % (ат.) растворенного элемента очень невелика и составляет единицы градусов и значительно реже — десятки градусов вместо сотен градусов в области малых концентраций.

Когда однофазная область существует в большом интервале концентраций, t_p^H сплавов в пределах этой области остается практически неизменной при изменении концентрации растворенного элемента на 5...10 % (ат.). Примерами могут служить сплавы систем W-Nb, Ni-Mo, Ni-Fe, Ni-V, Ni-Cu.

3. При наличии в системе двухфазных областей, особенно в случае существенной температурной зависимости, концентрации, отвечающей границе перехода из одной фазовой области в другую (температурной зависимости предельной растворимости), сплавы, близкие по составу к границе растворимости, характерны интенсивным возрастанием t_p^H (Ni-Ti, Ni-Mo, Fe-Mo). Повышение t_p^H , но менее интенсивное, наблюдается и в однофазных областях гомогенности, отвечающих эквивалентным соотношениям компонентов.

4. Значение t_p^H твердых растворов большой концентрации, в отличие от растворов очень малой концентрации, практически не зависит от способа выплавки.

5. Отношение $T_p/T_{пл}$ в твердых растворах большой концентрации повышается для технически чистых металлов от 0,35...0,4 до 0,55...0,60 (см табл. 5.3). Ни в одном случае для однофазных сплавов (в том числе с числом компонентов больше двух) не было достигнуто значение T_p больше 0,60 $T_{пл}$ (рис. 5.11).

Природа изменения t_p^H в твердых растворах большой концентрации более проста по сравнению с твердыми растворами очень малой концентрации. Большинство исследователей придерживаются мнения, что основное влияние на изменение t_p^H в однофазных сплавах большой концентрации оказывает характер изменения растворенным компонентом (компонентами) прочности межатомных связей и диффузионной подвижности. Усиление межатомных связей повышает t_p^H , ускорение диффузионной подвижности — понижает.

Менее резкое влияние на t_p^H оказывает изменение в твердых растворах большой концентрации структуры в деформированном состоянии, а также зернограницной энергии. В некоторых случаях t_p^H и величина $m\theta^2$ (m — средняя атомная

масса, θ — Дебаевская температура), характеризующая прочность межатомных связей, меняются не резко.

Причина такого изменения структуры в деформированном состоянии связана, в частности, с изменением (уменьшением) энергии дефектов упаковки, а также с изменением зернограничной энергии, действующими в противоположных направлениях.

Уменьшение энергии дефектов затрудняет поперечное скольжение и потому повышает t_p^H ; увеличение зернограничной энергии (вообще энергии поверхностей раздела) ускоряет рекристаллизацию, т. е. понижает t_p^H .

Если при легировании одновременно с уменьшением диффузионной подвижности (повышающей t_p^H) растет зернограничная энергия, понижающая t_p^H , то эффект изменения скорости диффузии ослабевает и дальнейшее повышение t_p^H прекращается. Этому, видимо, и соответствует температура, равная $\approx 0,7 T_{пл}$ (см. рис. 5.11).

Речь выше шла о случае, когда при введении второго элемента в больших количествах t_p^H твердого раствора повышается, но это повышение оказывается возможным только до определенного предела.

Аналогичный результат возникает и в случае, когда введение второго элемента ослабляет межатомные связи и понижает t_p^H . Но ослабление связей одновременно понижает зернограничную энергию границ зерен и, соответственно, скорость



Рис. 5.11. Относительные температурные уровни рекристаллизации металлов и сплавов на их основе:

1 — металл высокой чистоты; 2 — технической чистоты; 3 — однофазные сплавы большой концентрации; 4 — стареющие сплавы; 5 — гетерофазные сплавы типа САП (алюминиевый порошок с окислами Al_2O_3)

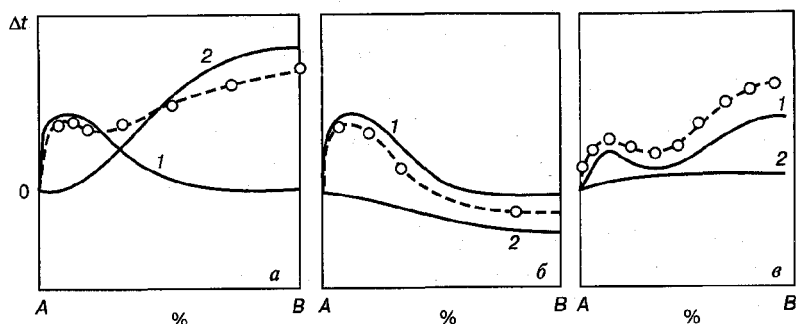


Рис. 5.12. Вклад разных факторов, вносимых легирующим компонентом в t_p^H основного металла

миграции, т. е. вторую стадию (примером этого может служить зависимость t_p^H от состава в системе Cu–Be). Судя по изменениям периода решетки в крупно- и мелкозернистых образцах сплавов Cu–Be, бериллий ведет себя как поверхностно-активный элемент, вплоть до относительно высоких концентраций (2...3 % ат.). То есть и в этом случае, когда примесь в значительных концентрациях понижает t_p^H , это понижение имеет определенный предел.

В то же время экспериментально подтверждено, что имеются сплавы, в которых t_p^H значительно превышает значения 0,68 % (ат.) от $T_{пл}$ [1]. На рис. 5.12 показано, каков в первом приближении вклад разных факторов в изменение t_p^H легирующими добавками. Здесь: 1 – взаимодействие с дислокациями; 2 – влияние на прочность межатомных связей; штриховая линия – суммарное влияние.

Анализ показывает, что повышение $t_p^H/T_{пл} > 0,65$ возможно только для сплавов, содержащих дисперсные частицы вторых фаз, в частности в пересыщенных твердых растворах, в состоянии начальных стадий распада.

Особенности и механизм рекристаллизации в пересыщенных твердых растворах подробно рассмотрены в главе 6. Там же приводятся и данные о температурной зависимости начала рекристаллизации в сплавах на основе широко используемых металлов (Ni, Fe, Cr, Cu, Al) разной чистоты и в разных фазовых состояниях.

Библиографический список к главе 5

1. Бублик В.Т., Горелик С.С. // ФММ. 1964. — Т. 18, № 1. — С. 62—68; ФММ. 1964. — № 3. — С. 416—422.
2. Antonione C., Gatta G.D. // Acta Metall. 1970. — V. 18, № 11. — P. 1169—1180.
3. Зосимчук Е.Э., Максименко Е.А. Монокристаллы тугоплавких металлов. — М.: Наука, 1970. — С. 48—53.
4. Smart J.S., Smith A.A. // Trans. AJME, 1943. — V. 152. — P. 103—122; 1946. — V. 166. — P. 144—150.
5. Olsen K.M. // Trans. AJME. 1960. — P. 545—558.
6. Millner T., Barth L., Prohaszka J. // J. Metallkundu. 1960. — Bd 51, № 11. — S. 639—642.
7. Бокштейн С.З., Кишкин С.Т., Мороз Л.М. Процессы диффузии, структура и свойства металлов. — М.: Машиностроительная линия — строение, 1964. — С. 99—108.

Глава 6

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПЕРЕСЫЩЕННЫХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ И ГЕТЕРОФАЗНЫХ СПЛАВОВ

Большая, если не преобладающая, часть практически важных сплавов на основе железа, никеля, алюминия, меди и т. п. представляет собой твердые растворы с ограниченной растворимостью. Ниже определенной температуры растворы становятся пересыщенными и распадаются с выделением дисперсных частиц вторых фаз.

Как правило, эти сплавы используются в деформированном и затем рекристаллизованном состоянии. Если при нагреве процессы рекристаллизации и распада твердого раствора идут одновременно или с небольшим температурным интервалом, они оказывают взаимное влияние, что существенно сказывается на скорости каждого из них, конечном структурном состоянии и, соответственно, на свойствах.

В тех случаях, когда выделения присутствуют в сплавах еще до деформации, они изменяют плотность и характер распределения дислокаций, генерируемых при деформации, и тем самым радикально влияют на последующую рекристаллизацию, как правило, снижая температуру ее начала.

Выделяясь во время деформации или при последующем рекристаллизационном нагреве, частицы тормозят или совсем приостанавливают движение дислокаций и границ, а тем самым и процесс рекристаллизации. Конкретный результат влияния этих процессов на микроструктуру зависит от многих факторов.

В то же время начальные стадии рекристаллизации не только сами подвержены влиянию выделений, но, в свою очередь, вызывая образование вакансий, ускоряют диффузионные процессы, влияют на скорость распада, а также на коагуляцию дисперсных фаз. Эти явления имеют важное значение для понимания многих закономерностей рекристалли-

зации пересыщенных твердых растворов. Они зависят от соотношения температурного уровня и скоростей этих процессов, от степени структурного соответствия твердого раствора и выделяющейся фазы, от влияния на скорость обоих процессов условий деформации и др. Поэтому изучение особенностей рекристаллизации пересыщенных твердых растворов, а также механизм взаимодействия указанных выше процессов привлекают внимание металловедов на протяжении многих лет [1, 2].

Целесообразно перед рассмотрением механизма взаимовлияния процессов рекристаллизации и распада пересыщенных твердых растворов посмотреть экспериментальные результаты зависимости температуры начала и конца рекристаллизации в пересыщенных твердых растворах от степени деформации и длительности отжига и их отличия от процессов в однофазных сплавах.

6.1. Температурный уровень рекристаллизации пересыщенных твердых растворов

Уже в первых исследованиях по рекристаллизации пересыщенных твердых растворов, в которых изучались сплавы на основе никеля, меди, железа и алюминия [1, 2, 3], было отмечено, что они обладают более высоким температурным уровнем рекристаллизации, чем ближайшие по составу однофазные сплавы.

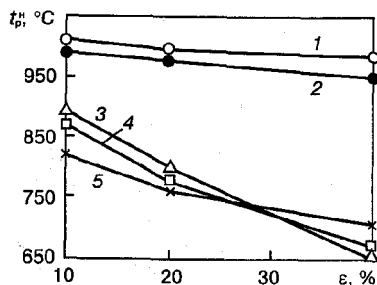


Рис. 6.1. Зависимость t_p^n стареющих (1, 2) и однофазных сплавов на основе никеля от степени деформации:

1 — сплав Ni-Cr-Al-Ni-Co;
2 — Ni-Cr-Al-Ti; 3 — Ni-Cr;
4 — Ni-Cr-W; 5 — Ni-Cr-Co

С.С. Горелик с сотр. изучал рекристаллизацию пересыщенных твердых растворов и однофазных растворов, близких к насыщению, в сплавах на основе никеля, меди, железа, хрома и алюминия [1].

В табл. 6.1 и на рис. 6.1 приведены температуры начала рекристаллизации (t_p^n) и отношения $T_p : T_{пл}$ для некоторых из исследованных сплавов после деформации на 40...70 % и

отжигов длительностью 1 ч. Эти данные получены с использованием рентгеновской методики по появлению первых точечных рефлексов при использовании пучка лучей диаметром 0,6...0,8 мм (рис. 6.2). Прирост t_p^H при переходе от однофазных сплавов к стареющим достигает 200...300 °С. Отношение $T_p : T_{пл}$, как правило, более 0,60, а в отдельных случаях доходит до 0,75...0,80.

Наиболее высоким относительным температурным уровнем рекристаллизации обладают сплавы, в которых из пересыщенного твердого раствора выделяется новая фаза, изоморфная матрице (сплавы типа кунико, нимоник и др.).

Еще одной характерной особенностью пересыщенных твердых растворов является то, что их t_p^H зависит от степени де-

Таблица 6.1. Температурные уровни рекристаллизации сплавов

Система	Состав, % (ат.)	Характеристика сплава	t_p^H , °С	$T_p : T_{пл}$
Al-Mn	0,01 Mn	Однофазный	295	0,58
	0,35 Mn	Стареющий	365	0,70
Cu-Be	3,7 Be	Однофазный	425	0,52
	10,8 Be	Стареющий	475	0,70
	14,3 Be	— « —	500	0,68
Cu-Sn	2,1 Sn	Однофазный	300	0,45
	3,8 Sn	Стареющий	300	0,50
Cu-Ni-Co (кунико)	20-80-10*	Однофазный	500	0,48
	50-20-30*	Стареющий	800	0,75
Cr-Ta	0,03 Ta	Однофазный	950	0,58
	0,12 Ta	Стареющий	1035	0,61
Cr-Ti	0,04 Ti	Однофазный	905	0,55
	0,15 Ti	Стареющий	1060	0,63
Cr-Sb	0,02 Sb	Однофазный	905	0,57
	0,13 Sb	Стареющий	1040	0,62
Fe-W	0,7 W	Однофазный	640	0,51
	1,7 W	Стареющий	650	0,54
	2,7 W	— « —	900	0,66
	4,9 W	— « —	1025	0,73
Ni-Cr	22 Cr	Однофазный	660	0,52
Ni-Cr-Al-Ti	75-20-2,4-2,5*	Стареющий	900	0,68-0,7
Ni-Cr-Al-Ti-Co (нимоник)	65-20-2,5-2,5-10*	— « —	1000	0,75

* Процент по массе.

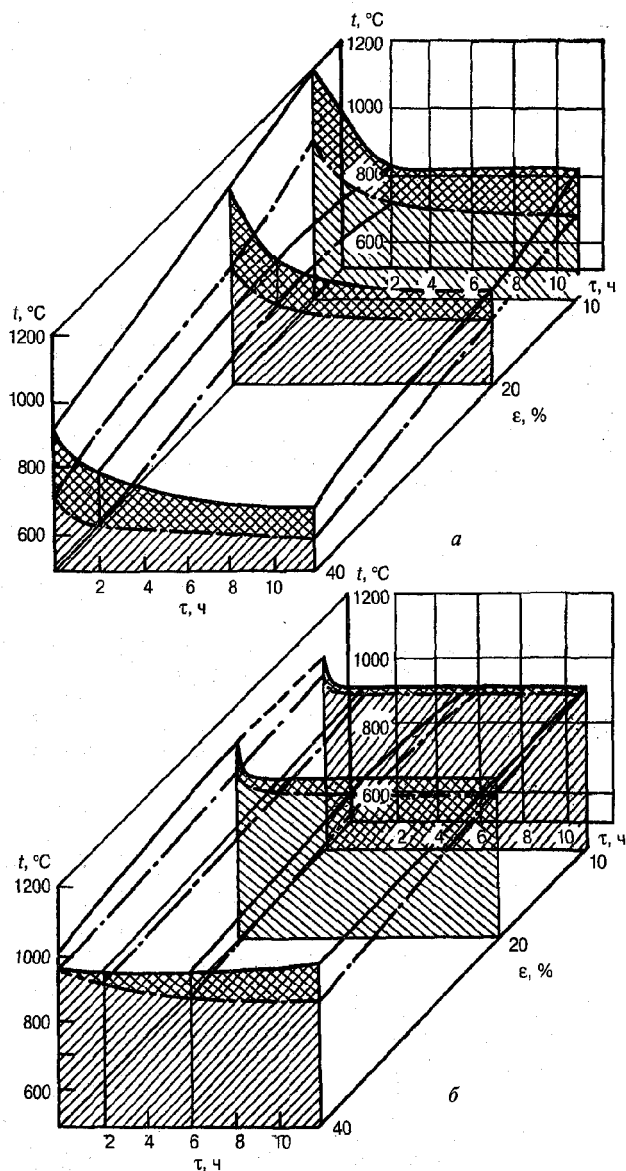


Рис. 6.2. Зависимость ширины температурного интервала рекристаллизации (×××) однофазного (а) и стареющего (б) сплавов на основе никеля от степени деформации и продолжительности нагрева:
 а – Ni-Cr; б – Ni-Cr-Al-Ti-Mo-W

формации значительно слабее, чем однофазных сплавов (рис. 6.1). Поэтому более высокая t_p^n стареющих сплавов особенно заметна на сильно деформированных образцах.

Одно из объяснений высокого температурного уровня рекристаллизации стареющих сплавов было предложено В.И. Ивероновой. По ее представлениям, в процессе распада на участках с наиболее сильно искаженной решеткой уровень накопленных в сплаве напряжений убывает, что задерживает начало рекристаллизации. Этот механизм назван В.И. Ивероновой «диффузионной релаксацией» напряжений. Предположение о диффузионной релаксации напряжений не объясняет многих особенностей рекристаллизации пересыщенных растворов.

На рис. 6.2 приведены интервалы рекристаллизации после различных условий деформации для однофазного сплава Ni-Cr и стареющего сплава Ni-Cr-Al-Ti-Mo-W. У стареющих сплавов интервал рекристаллизации вдвое уже. Это говорит о большой скорости первичной рекристаллизации и противоречит представлению о диффузионной релаксации напряжений.

Сравнительный анализ зависимости числа новых рекристаллизованных зерен от температуры нагрева для нестареющих и стареющих сплавов показывает, что процесс первичной рекристаллизации в стареющих сплавах начинается при более высокой температуре, чем в однофазных, но, начавшись, идет чрезвычайно бурно.

Если бы резкое повышение t_p^n в стареющих сплавах было обусловлено диффузионной релаксацией напряжений за счет распада твердого раствора, то в том случае, когда распад исключается предварительным старением, рекристаллизация должна начинаться при более низкой температуре. Это предположение проверяли на бериллиевой бронзе, содержащей 2,3 % (масс.) Be.

Первые следы рекристаллизации в образцах, предварительно подвергнутых старению, были обнаружены при нагреве на 650 °C ($\tau = 30$ мин) вместо 500 °C для образцов, не подвергавшихся старению (степень деформации была равна 50 %). Таким образом, вместо ожидаемого снижения рентгенографически обнаружилось резкое повышение температуры начала рекристаллизации.

В то же время твердость образцов, деформированных после старения, стала равной твердости до деформации уже после нагрева при 450 °С, т. е. на 200 °С ниже температуры рекристаллизации, выявленной рентгенографически. Однако обычно даже половинное разупрочнение однофазных сплавов примерно совпадает с температурой начала рекристаллизации. Отсюда следует, что в данном случае с помощью обычной рентгеновской методики улавливаются следы рекристаллизации лишь на весьма поздней стадии.

Нагрев деформированного пересыщенного твердого раствора сопровождается двумя противоположными по действию процессами:

- 1) устранением деформационных нарушений структуры и соответственно разупрочнением за счет процессов полигонизации и рекристаллизации;
- 2) упрочнением за счет распада пересыщенного твердого раствора.

Причинами упрочнения при распаде могут быть: диспергирование матрицы; фазовый наклеп за счет разных удельных объемов и коэффициентов термического расширения продуктов распада и матрицы; твердость фаз, выделившихся при распаде. Этот наклеп приводит к такому изменению рентгеновской картины, микроструктуры и физико-механических свойств, которое перекрывает и вуалирует влияние структурных изменений, вызванных полигонизацией и рекристаллизацией.

В таком случае с помощью обычных методов регистрации можно выявить первые следы рекристаллизации лишь после нагрева до температуры, при которой начинается обратное растворение частиц дисперсной фазы, выделившихся при распаде, и зародыши рекристаллизации получают возможность интенсивного роста. Однако эту температуру уже следует рассматривать как температуру начала интенсивного роста зародышей рекристаллизации. Температура формирования центров лежит существенно ниже.

Рекристаллизацию пересыщенных твердых растворов изучал позднее Хорнбоген с сотр. [2]. Ему принадлежит обзор исследований в этой области. Он исходил из анализа температурных зависимостей скоростей обоих исследованных процессов — рекристаллизации и распада.

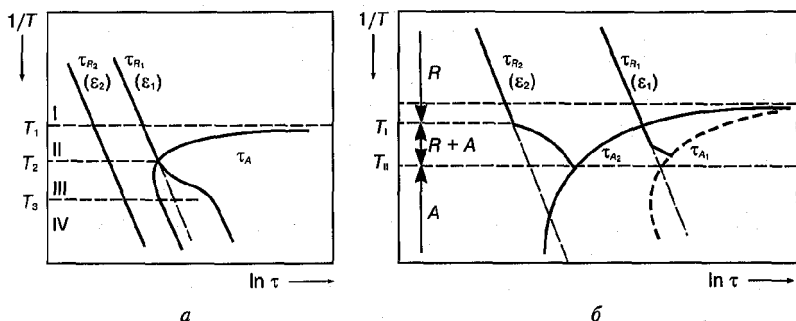


Рис. 6.3. Температурные зависимости начала рекристаллизации τ_R и распада твердого раствора τ_A в отсутствие взаимодействия (а) и при наличии взаимодействия (б) обоих процессов для двух степеней деформации $\varepsilon_2 > \varepsilon_1$ (Хорнбоген)

Схема Хорнбогена, приведенная на рис. 6.3, показывает кинетику рекристаллизации и распада твердого раствора (их инкубационного периода) с температурой для разных степеней деформации, пропорциональных плотности дислокаций ρ , и взаимодействие этих процессов.

Зависимость времени начала рекристаллизации τ_R в функции температуры равна

$$\tau_R = K_p \exp (Q_p/KT),$$

где K_p — коэффициент, учитывающий движущую силу процесса; Q_p — энергия активации процесса образования зародыша рекристаллизации (по Хорнбогену — «фронта рекристаллизации»).

Соответственно, зависимость времени начала распада τ_A , который по представлениям Хорнбогена начинается на дислокациях, равна

$$\tau_A = K_A \exp [(Q_A + Q_D)kT],$$

где K_A — коэффициент, учитывающий движущую силу распада; Q_A — энергия активации процесса зарождения частиц второй фазы; Q_D — энергия активации диффузии (основного механизма распада).

При большом переохлаждении, когда $Q_D \gg Q_A$, время до начала образования выделений определяется только энергией активации диффузии Q_D , и процесс распада резко замедляется.

Кестер [3] изложил представление о характере взаимного влияния процессов рекристаллизации и образования выделений в разных (I–IV) температурных интервалах.

В интервале I (однофазная область) совершается рекристаллизация, не сопровождаемая распадом. В интервале II вначале реализуется первичная рекристаллизация, выделения возникают только в полностью рекристаллизованном состоянии. В интервале III выделившиеся частицы второй фазы тормозят рост ранее возникших зародышей рекристаллизации, а скорость распада уменьшается. В интервале IV происходит коалесценция ранее выпавших частиц второй фазы, что делает возможным рост зародышей рекристаллизации, скорость которого контролируется скоростью коалесценции частиц второй фазы.

В связи с тем, что между образованием зародышей рекристаллизации и началом их роста в пересыщенных растворах есть температурно-временной интервал (интервал III), авторы [2, 3] ввели понятие *прерывистой* (интервал III) и *непрерывной* (интервал IV) рекристаллизации. Эти термины широко используются в зарубежной литературе.

Сам факт наличия температурно-временного интервала не вызывает сомнения. Он, как отмечено выше, впервые был установлен и описан С.С. Гореликом в работе [1] и рассматривается в настоящем издании.

Замедление рекристаллизации происходит за счет тормозящего действия частиц, выделяющихся при распаде. Время начала распада по Хорнбогену так же уменьшается с увеличением степени деформации, но под влиянием начала рекристаллизации это уменьшение ослабевает. Последнее, по результатам наших исследований, не соответствует действительности.

Если рекристаллизация совершается при температуре ниже равновесной температуры распада, то она *всегда* вызывает начало распада и его ускорение под влиянием вакансий, образующихся на начальной стадии рекристаллизации (см. гл. 4).

Однако, по мнению авторов [2, 3], подобный случай должен иметь место только в системах, где выделения из твердого раствора идут очень вяло и выделяющиеся частицы не вза-

имодельствуют ни с дислокациями, ни со всякого рода границами, а располагаются в объеме зерен. Указанным требованиям удовлетворяет по данным [2, 3] распад в сплаве Cu-Co. При деформации до 10 % выделяющиеся частицы полностью предотвращают рекристаллизацию. После 20%-й деформации распад идет по границам ячеек и тормозит рекристаллизацию, но не предотвращает ее. После деформации на 50 % рекристаллизация с образованием новых зерен резко ускоряется и успевает полностью пройти до начала распада.

Анализ результатов других авторов [4, 5] дает все основания полагать, что значительно чаще встречаются случаи, когда распад очень чувствителен не только к воздействию деформации, но и к рекристаллизации.

Во-первых, увеличение степени деформации и соответственно увеличение плотности структурных дефектов интенсифицируют распад или непосредственно при деформации, или при последующем нагреве [4, 5]. К сожалению, авторы не учитывали особенностей процесса, связанных с генерацией вакансий на стадии первичной рекристаллизации, которые ускоряют распад пересыщенных растворов и коагуляцию выделений.

Ниже описаны результаты экспериментов, целью которых было проверить, возможна ли и в каких случаях рекристаллизация пересыщенного раствора без его распада [1]. Были исследованы сплавы нескольких групп.

1. Сплавы, в которых нет структурного соответствия между матрицей и выделяющейся фазой (Cu-Be, Fe-W), и сплавы, в которых такое структурное соответствие имеется (типа кунитико и нимоник).

2. Сплавы одной системы, но с разной степенью пересыщения и разным количеством дисперсной фазы (Fe-W и Al-Mn).

3. Сплавы, в которых распад происходит с разной скоростью — относительно высокой (Cu-Be) и низкой (Cu-Sn), а также с разной склонностью дисперсной фазы к коагуляции — большей (Ni-Cr-Al-Ti) и меньшей (Ni-Cr-Al-Ti-Co).

Основные результаты сводятся к следующему:

Сплавы Cu-Be. Для стареющего сплава (10,8 % Be) и однофазного (3,7 % Be), близких к предельной растворимости, температуры начала рекристаллизации, выявленные обычной ме-

тодикой после прокатки на 55 %, оказались равными 475 и 425 °С соответственно. Специальными методами было проверено, не завышена ли первая температура из-за вуалирующих факторов. Оказалось, что нагрев стареющего сплава до 425 °С, т. е. на 50 °С ниже выявленной t_p^H , практически полностью снимает следы структурных изменений, внесенных деформацией. Размеры областей когерентного рассеяния после такого нагрева оказались в 3,5 раза больше, чем в деформированном состоянии.

Рентгеновская съемка с применением микропучка показала, что при нагреве до 425 °С в стареющем сплаве с 10,8 % Ве прошел процесс образования зародышей рекристаллизации: на дифракционной линии (111) образца, прокатанного и нагретого на 425 °С, видны были отдельные рефлексy. Кроме того, заметно увеличилось рассеяние текстурных максимумов на рентгенограмме.

Эти эксперименты позволяют считать, что истинная t_p^H у стареющего сплава $\text{Cu} + 10,8\% \text{ Вe}$, в котором кристаллическая структура дисперсной фазы резко отличается от структуры матрицы, во всяком случае, не выше, чем у однофазного сплава с 3,7 % Ве.

Сплавы Fe-W. Состав сплавов и найденные обычными рентгеновскими методами значения t_p^H после деформации осадкой

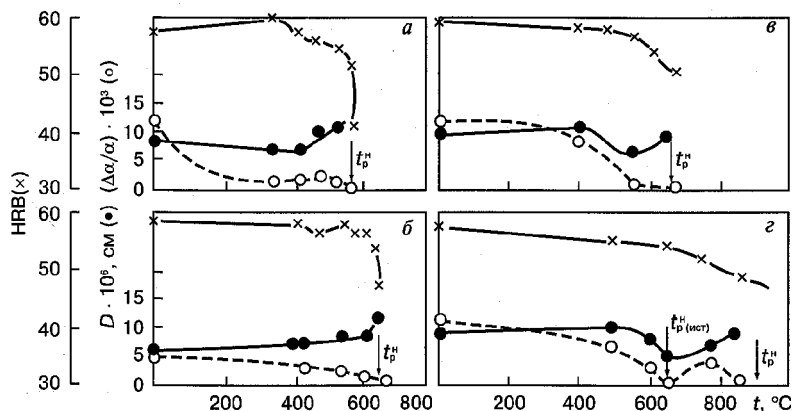


Рис. 6.4. Зависимость микронапряжений ($\Delta\alpha/\alpha$), размера областей когерентности D и твердости HRB сплавов Fe-W с разным содержанием W от температуры нагрева ($\tau = 60$ мин):

а - Fe; б - Fe + 0,7 % W; в - Fe + 1,8 % W; г - Fe + 2,7 % W

на 50 % указаны на рис. 6.4. Максимальное превышение температуры рекристаллизации в стареющем сплаве с 2,7 % W по сравнению с однофазным сплавом Fe—W составило 350...400 °С (~950 и 600 °С соответственно), в сплаве с 2,7 % W — 910 и 900 °С.

Результаты анализа изменений тонкой структуры матрицы по уширению линий (110) и (211) приведены на рис. 6.4. Вертикальными стрелками обозначено положение t_p^H , установленное обычной методикой. Полученные результаты объясняются следующим образом: уменьшение микронапряжений в стареющем сплаве идет параллельно с измельчением блоков, а не с их ростом, как в однофазных сплавах. В сплаве с 2,7 % W микронапряжения после падения в интервале 600...650 °С вновь растут при 680...770 °С и далее падают уже до нуля при 830 °С. Рост микронапряжений при 680...770 °С связан с распадом твердого раствора.

С помощью рентгеновского микропучка было показано, что температура истинного начала рекристаллизации — в полном соответствии с данными об изменении микронапряжений — не 910 °С, а примерно 610...630 °С. В однофазном сплаве Fe + 0,7 % W температура начала рекристаллизации оказалась равной 630...650 °С.

По мере увеличения количества выделившейся фазы все сильнее сказываются вновь возникающие напряжения, вызванные распадом и связанные с разницей удельных объемов и коэффициентов термического расширения матрицы и второй фазы. Они и дают эффект нового роста микронапряжений и размытия линий на рентгенограмме (см. рис. 6.4).

С началом растворения дисперсной фазы напряжения, возникающие при распаде, снимаются, а освобождение границ от расположенных на них частиц делает возможным их перемещение.

Сплав типа кунико (50 % Cu—20 % Ni—30 % Co). В сплаве кунико (рис. 6.5) при нагреве до 600...650 °С после закалки от температур однофазной области распад идет с расслоением исходного твердого раствора на два изоморфных, кристаллические решетки которых сопряжены с решеткой матрицы. Выше этих температур распад идет с нарушением когерентности.

При нагреве после холодной деформации прокаткой на 70 % температура начала рекристаллизации $t_p^H = 800$ °С (t_p^H выявляли обычной методикой), что составляет $0,75 T_{пл}$.

Такое высокое значение отношения $T_p : T_{пл}$ связано с тем, что начало истинной рекристаллизации совпадает с моментом разрыва когерентности.

Таким образом, при нагреве пересыщенного твердого раствора в деформированном сплаве типа кунико вначале идет когерентный распад. Затем когерентность нарушается и одновременно начинается рекристаллизация. С этим, очевидно, связан высокий уровень t_p^H в этих сплавах. Если принять, что

для сплава кунико истинная $t_p^H = 740...750^\circ\text{C}$, то даже в этом случае отношение $T_p : T_{пл} = 0,7$ остается очень высоким.

Сплав типа нимоник. Подтверждение связи между характером распада и рекристаллизацией получено также на этом сплаве. Закаленные образцы деформировали прокаткой на 50 и 75 %, а затем подвергали длительным отжигам при 800, 700 и 600 °C.

Анализ микроструктуры (рис. 6.6) показал, что там, где распад проходил с длительным сохранением когерентной связи фаз, рекристаллизация не обнаруживается. Начало рекристаллизации совпадает с коагуляцией дисперсных частиц и, следовательно, с нарушением когерентности.

Торможение рекристаллизации в результате когерентного распада хорошо объясняется исходя из того, что когерентные выделения «оседают» преимущественно на отдельных дислокациях и резко затрудняют или делают практически невозможным их движение и перераспределение.

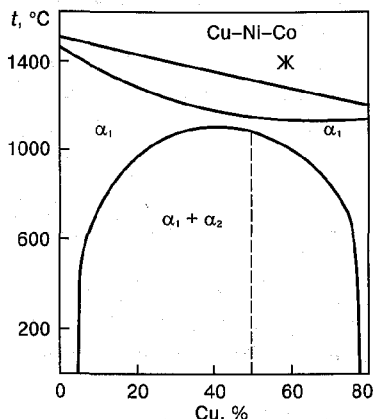


Рис. 6.5. Псевдобинарный разрез двойной диаграммы равновесия сплавов системы Cu-Ni-Co. Штриховой линией показан состав исследованного сплава 50-20-30

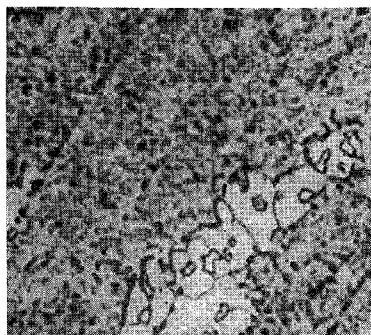


Рис. 6.6. Микроструктура сплава ХН77ТЮР (ЭИ437) после деформации прокаткой на 50 % и нагрева 5000 мин при 800 °C

С повышением температуры дислокации частично высвобождаются и становятся возможными начальные стадии рекристаллизации, формирование и рост зародышей рекристаллизации, нарушение когерентности и коагуляции дисперсных частиц благодаря большой концентрации вакансий.

В большинстве приведенных выше случаев некогерентный распад твердого раствора и рекристаллизация практически шли одновременно.

Естественным является вопрос: возможна ли рекристаллизация твердого раствора в состоянии пересыщения до начала распада, и какое влияние она оказывает на последующий распад?

Были проведены опыты со сплавом $\text{Cu} + 3,85 \text{ Sn}$, для которого характерны очень малая скорость распада и заметная разница между атомными радиусами компонентов. Это облегчало определение начала распада по изменению периода решетки исходного твердого раствора.

Анализ показал, что *рекристаллизация начиналась одновременно с распадом твердого раствора, но не раньше.*

При большом количестве выделяющейся дисперсной фазы одновременно с интенсивным дроблением областей когерентного рассеяния и перераспределением дислокаций, созданных при деформации, и уменьшением связанных с ними микронапряжений возникают новые микронапряжения вследствие фазового наклепа. Из-за большого количества дисперсной фазы области решетки матрицы, окаймленные частицами этой фазы, очень малы. Каждая область превращается в зародыш, рост которого невозможен, так как частицы оказывают барьерное действие. Поэтому не происходит и видимого изменения или рассеяния текстуры.

С началом растворения избыточной фазы становится возможным рост зародышей. Избирательность растворения вызывает и избирательность роста. Там, где рост оказывается возможным, его скорость очень велика, так как зернограничное натяжение в стыках зародышей и зерен не уравновешенно (неравновесные границы «зафиксированы» частицами второй фазы).

По-иному должен вести себя сплав в случае малого пересыщения, когда скорость распада невелика, но условия для рекристаллизации благоприятны. Таким требованиям удовлет-

воряет отжиг деформированных сплавов при относительно высоких температурах, но расположенных еще в двухфазной области.

Подобный эксперимент был выполнен на сплавах ХН77ТЮР и Cu-Be [14,3 % (ат.) Be]. После деформации и отжигов измеряли твердость и рентгенографически изучали ход рекристаллизации.

При нагреве образцов, деформированных на 40 %, рекристаллизация и распад шли одновременно. Высокие степени деформации настолько ускоряют оба процесса, что примененные экспериментальные методы не позволили уловить отдельно начало каждого из них.

После слабых деформаций (10...20 %) на начальных стадиях изотермического отжига ведущим оказался процесс рекристаллизации. Твердость образцов снизилась, рентгеновские линии сузились, появились точечные рефлексы от новых рекристаллизованных зерен. Однако за начавшейся рекристаллизацией тут же последовал распад. С увеличением длительности отжига до 10...15 мин твердость вновь начала расти, период решетки раствора изменился, свидетельствуя о распаде: возникшие ранее четкие точечные рефлексы снова стали размытыми.

Этот эффект по существу аналогичен описанному выше для деформированного стареющего сплава Fe + 2,7 % W, в котором микронапряжения, полностью снявшиеся при низкотемпературном нагреве, вновь начали расти при нагреве до более высоких температур.

Следовательно, и при малом пересыщении проявляется взаимное влияние распада и рекристаллизации, но ведущим процессом является рекристаллизация.

Истинная температура начала рекристаллизации (температура зародышеобразования) пересыщенных растворов не всегда сопровождается существенным разупрочнением, если рост зародышей тормозится частицами второй фазы, вызывающей значительный фазовый наклон. Разупрочнение наступает лишь с началом интенсивного роста зародышей. Это представляется практически важным, в частности, в связи с термомеханической обработкой.

Что касается температуры начала интенсивного роста зародышей, совпадающей с температурой рекристаллизации, выявляемой обычными методами, то она зависит от таких фак-

торов, как температура перехода сплава из двухфазной области в однофазную, форма кривой растворимости, количество, дисперсность и устойчивость против коагуляции избыточной фазы, величина и устойчивость создаваемого ею фазового наклепа и др.

Выявление этих закономерностей требует специального исследования. В качестве примеров приведем отдельные факты.

1. Введение кобальта повышает температуру рекристаллизации стареющего сплава Ni-Cr-Al-Ti, выявляемую обычными методами, на 50...75 °С. Вместе с тем t_p^H однофазного сплава Ni + 13Cr практически не изменилась при введении в твердый раствор 10 % Co.

Механизм этого влияния становится понятным после рассмотрения электронных микрофотографий (рис. 6.7). В сплаве Ni-Cr-Al-Ti (рис. 6.7, а, в), деформированном на 40 %, пос-

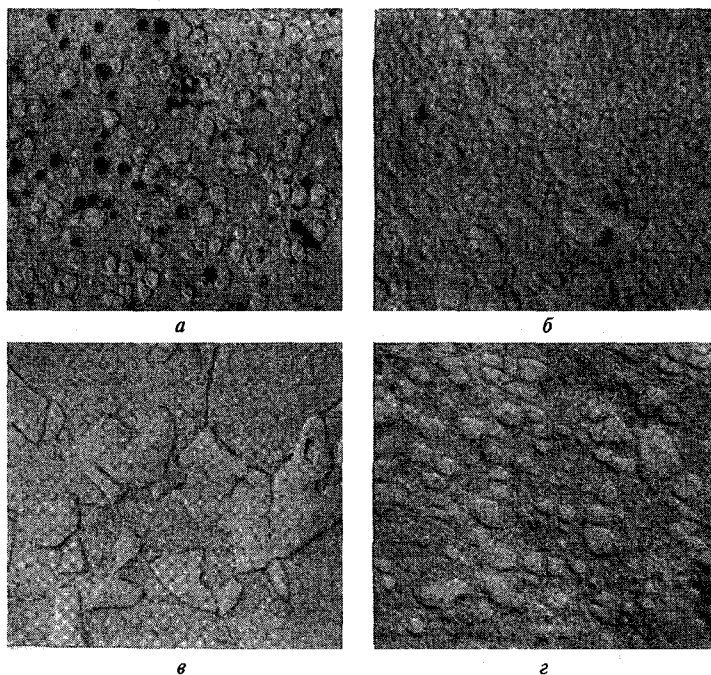


Рис. 6.7. Структура сплавов после деформации на 40 % и нагрева при 900 °С в течение 2 ч (а, б) и при 1000 °С — 1 ч (в, г) ($\times 10000$): а, в — сплав Ni-Cr-Al-Ti; б, г — сплав Ni-Cr-Al-Ti-Co

ле нагрева в течение 2 ч при 900 °С выделения достаточно велики, и окаймленные ими области твердого раствора имеют размер 1...2 мкм (рис. 6.7, а). Точечные рефлексы от зерен таких размеров на рентгенограммах не сливаются. В сплаве Ni-Cr-Al-Ti-Co (рис. 6.7, б) после такой же обработки размеры частиц фазы α и областей твердого раствора между ними намного меньше и рекристаллизованные области твердого раствора лежат за пределами разрешения обычного рентгеновского метода. Температура перехода в однофазную область этого сплава выше, а скорость коагуляции частиц α -фазы меньше. Это следует и из анализа структуры после нагрева при 1000 °С (рис. 6.7, в, г). Поэтому рост зародышей рекристаллизации тормозится до более высоких температур.

2. Чем больше пересыщение твердого раствора, тем больше разрыв между температурами перехода из однофазной области в двухфазную $t_{\text{гр}}$ и температурами, при которых начинается интенсивная коагуляция дисперсной фазы или наступает нарушение когерентности. Соответственно с увеличением степени пересыщения растет и интервал $\Delta t = t_{\text{гр}} - t_{\text{р}}^{\text{н}}$. Это хорошо иллюстрируется данными для $t_{\text{р}}^{\text{н}}$ сплавов систем Al-Mn и Fe-W.

3. В табл. 6.2. приведены значения температуры начала рекристаллизации, выявленные обычными методами, и температуры перехода из двухфазной области в однофазную ($t_{\text{гр}}$) для ряда стареющих сплавов, в которых количество второй фазы примерно одинаково, но степень структурного соответствия между матрицей и выделяющейся фазой различна.

Когда вторая фаза имеет решетку, резко отличную от решетки матрицы, разрыв между температурами $t_{\text{р}}^{\text{н}}$ и $t_{\text{гр}}$ больше, и $t_{\text{р}}^{\text{н}}$ значительно ниже $t_{\text{гр}}$. Если же между решетками второй фазы и матрицы есть определенное структурное соответствие, то температура рекристаллизации сплава повышается, а вели-

Таблица 6.2. Значения $t_{\text{р}}^{\text{н}}$ и $t_{\text{гр}}$ для ряда стареющих сплавов

Сплав	Состав сплавов, % (масс.)	$t_{\text{гр}},$ °С	$t_{\text{р}}^{\text{н}},$ °С	$\Delta t = t_{\text{гр}} - t_{\text{р}}^{\text{н}}$	Выделяющаяся фаза
1	Ni+13 Cr+22 Al+2,4 Ti	1000	850	150	Ni ₃ (Al, Ti)
2	Al + 0,5 Mn	400	350	140	Al ₆ Mn
3	Cu + 2,3 Be	830	480	350	CuBe
4	Fe + 3,8 W	850	650	200	Fe ₂ W

чина $\Delta t = t_{\text{тр}} - t_{\text{р}}^{\text{н}}$ уменьшается. В этом случае коагуляция дисперсных частиц идет вяло из-за низкой поверхностной энергии сопряженных фаз.

В сплаве 1 вторая фаза изоморфна матрице и $\Delta t = 150^\circ\text{C}$. Вместе с тем в сплаве Cu-Be решетки матрицы и второй фазы различны (K12 и K8) ($a_1 = 3,607 \text{ \AA}$; $a_2 = 2,795 \text{ \AA}$), когерентность сохраняется лишь на очень ранней стадии распада и, соответственно, $\Delta t = 350^\circ\text{C}$.

В системе Fe-W фаза Fe_2W имеет гексагональную решетку ($a = 4,739 \text{ \AA}$; $c = 7,715 \text{ \AA}$), а матрица — объемноцентрированную кубическую ($a = 2,930 \text{ \AA}$) и $\Delta t \geq 200^\circ\text{C}$.

Все приведенные выше результаты позволяют видоизменить схему Хорнбогена для случая, когда деформация и рекристаллизация ускоряют распад, т. е. случая, наиболее типичного для пересыщенных твердых растворов.

Во-первых, с увеличением степени деформации должно сместиться к более коротким временам не только время начала рекристаллизации (линия $\tau_{\text{р}}$ на рис. 6.3), но и время начала распада (кривая $\tau_{\text{д}}$). Этому способствует образование вакансий, сопровождающее начальные стадии рекристаллизации.

Во-вторых, с началом рекристаллизации в тех локальных участках, где она началась, распад затрудняет рост зародышей рекристаллизации. Детали описанного процесса еще не ясны до конца.

В-третьих, в температурном интервале, заключенном между температурой $t_{\text{тр}}$ и температурой, отвечающей пересечению линий $\tau_{\text{р}}$ с кривой $\tau_{\text{д}}$ (между горизонтальными пунктирными линиями), должны реализоваться и рекристаллизация, и распад при ведущей роли одного из них. В верхней части этого температурного интервала ведущий процесс — рекристаллизация. Распад, начавшийся вслед за ней, временно задерживает дальнейшее ее развитие (рост зародышей).

Зародыши рекристаллизации часто удается выявить только с началом коагуляции выделений, когда снимается их тормозящее действие. Чем ниже температура в пределах этого интервала, тем сильнее эффект торможения, затрудняющий рост зародышей. Ведущая роль рекристаллизации становится все менее выраженной.

Температурный интервал Δt соответствует такому состоянию системы, при котором распад твердого раствора вследствие

резкого пересыщения идет весьма интенсивно уже в самые начальные моменты отжига и полностью блокирует структурные дефекты, созданные деформацией. Рекристаллизация не начинается до начала коагуляции частиц второй фазы.

Такова общая схема. Из нее следует, что влияние распада в разных сплавах отличается характером взаимодействия выделений с дефектами разных видов и, соответственно, с торможением разных стадий рекристаллизации.

Возможные основные случаи указанного взаимодействия:

1. Выделения взаимодействуют с отдельными дислокациями и их объемными скоплениями. Этот случай относится прежде всего к когерентным выделениям. Они задерживают самую начальную стадию формирования центров рекристаллизации, т. е. действуют наиболее эффективно.

2. Выделения оседают на малоугловых границах. В этом случае выделения задерживают рост субзерен, т. е. последнюю стадию формирования центров рекристаллизации. На субграницах выделяются, как правило, некогерентные или частично когерентные выделения, как и на большеугловых границах. Однако в связи с тем, что энергия малоугловых границ меньше, чем большеугловых, эффективность торможения малоугловых границ выше.

3. Выделения предпочтительно оседают на большеугловых границах. В этом случае образование вакансий ускоряет распад и при нагреве после малых деформаций тормозится рекристаллизация миграцией границ новых зерен. При нагреве после больших степеней деформации тормозится рост сформировавшихся центров рекристаллизации, т. е. конец первичной рекристаллизации и начало собирательной. Это значит, что две стадии первичной рекристаллизации — формирование центров и их рост, идущие в однофазных сплавах непрерывно одна за другой, в пересыщенных твердых растворах оказываются отделенными большим температурно-временным интервалом. *Начало рекристаллизации, которое фиксируется обычными методами, является, по существу, началом интенсивного роста зародышей.*

Схематически зависимость температурного уровня рекристаллизации от длительности нагрева в пересыщенных растворах можно характеризовать двумя перегибами, из которых верхний соответствует температуре начала распада и формирова-

ния центров (выделений), замедляющих рекристаллизацию, а нижний — температуре начала их интенсивного роста.

Возможность взаимодействия выделений с перечисленными несовершенствами того или иного вида определяется кристаллохимическими характеристиками выделений, а точнее, степенью соответствия кристаллохимической структуры матрицы и выделения, в том числе и в виде возможных метастабильных состояний (зон Гинье—Престона и т. п.). Чем больше кристаллохимическое несоответствие матрицы и выделения, тем больше вероятность ведущей роли рекристаллизации, взаимодействия с несовершенствами в направлении дислокации → малоугловые границы → высокоугловые границы.

Полезную информацию о характере взаимодействия выделений с несовершенствами разного типа может дать анализ текстур рекристаллизации.

В тех случаях, когда старение вызывает изменение текстуры деформации, выделения, видимо, сильнее взаимодействуют с малоугловыми границами и облегчают опережающий рост зародышей, отделенных от матрицы границами большой разориентировки. В тех случаях, когда текстура рекристаллизации повторяет текстуру деформации, выделения, видимо, сильнее взаимодействуют с высокоугловыми границами.

Для дальнейшего прогнозирования и практического использования взаимовлияния процессов рекристаллизации и распада и их последствий необходимо накопление данных о кристаллохимии выделений и характере их взаимодействия с несовершенствами разного типа.

Из сказанного выше следует, что взаимовлияние рекристаллизации и пересыщенного раствора носит сложный характер в зависимости от большого числа факторов, рассмотренных выше. Наиболее частым случаем является наличие заметного температурного интервала между начальной стадией образования зародышей рекристаллизации и стадией их роста и роста зерен.

Наблюдение Хорнбогена и Кестера, что этот интервал, обнаруженный ранее и другими исследователями, вызван торможением роста зародышей и зерен на начальной стадии рекристаллизации частицами, выделяющимися при распаде пересыщенных растворов, безусловно справедливо.

Вместе с тем некоторые принципиальные положения о характере взаимовлияния двух рассматриваемых процессов, на-

шедшие отражение в схеме, приведенной на рис. 6.3, б, требуют уточнения и дополнительного объяснения.

Авторы [2] исходят из того, что рекристаллизация замедляет распад, поскольку он происходит на дислокациях по завершению первичной рекристаллизации, которая уменьшает плотность дислокаций. Ошибочность этого положения связана с тем, что авторы не учитывают, что начальные стадии первичной рекристаллизации (конкретнее — процесс превращения ячеистой структуры в субзеренную) сопровождаются образованием значительной концентрации вакансий и вакансионных скоплений, что описано в гл. 4.

Образование этих вакансий резко ускоряет диффузию и распад пересыщенного раствора. Вследствие этого образование зародышей рекристаллизации в пересыщенных растворах в большинстве случаев вызывает ускорение и начало распада.

По схеме Хорнбогена и Кестера рекристаллизация замедляет распад, поскольку он идет на дислокациях, концентрация которых уменьшается при рекристаллизации, в действительности — *начальные стадии рекристаллизации ускоряют распад*.

В силу сказанного, схема, приведенная на рис. 6.3, должна быть уточнена, как показано на рис. 6.8.

Термины «прерывистая» и «непрерывная» рекристаллизация отражают наличие температурно-временного интервала в первичной рекристаллизации пересыщенных твердых растворов, ничего не говорят об их механизме, поэтому целесообразно применение других терминов.

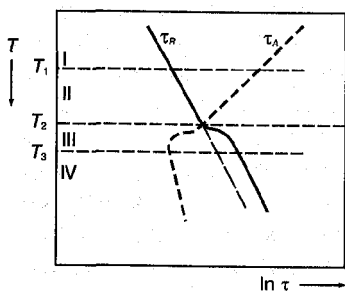


Рис. 6.8. Уточненная схема кинетики и взаимовлияния процессов рекристаллизации и распада

Непрерывная рекристаллизация соответствует началу интенсивного роста зародышей первичной рекристаллизации и образовавшихся из них зерен, т. е. стадии, которая выявляется обычными методами оптической металлографии и рентгеновской дифрактометрии. Эту стадию многие принимают за начало рекристаллизации.

Прерывистая рекристаллизация отвечает стадии формирования зародышей рекристаллизации

(без их роста), ее экспериментальное определение затруднено в силу малых размеров зародышей на начальной стадии. Она проявляется в заметном уменьшении твердости и предела текучести, а также в уменьшении уширения линий дифрактограмм из-за уменьшения плотности дислокаций и электросопротивления.

Прямое электронно-микроскопическое установление этой стадии очень трудоемко, требует анализа структуры больших площадей (большого числа электронно-микроскопических снимков).

Исходя из существа (механизма) процессов, стадию прерывистой рекристаллизации правильнее называть *стадией формирования и заторможенного роста зародышей первичной рекристаллизации*.

6.2. Рекристаллизация гетерофазных сплавов

Рекристаллизация гетерофазных сплавов существенно зависит от химической природы и фазового состояния матрицы, от природы вторых фаз, их термической стабильности и коэффициентов термического расширения, способности при деформации к дроблению и изменению формы частиц, их относительного объема и др. В случае, когда температурные интервалы рекристаллизации и растворения частиц второй фазы совпадают, выводы о роли второй фазы становятся менее однозначными.

Недостаточно изученными до настоящего времени остаются двухфазные сплавы, в которых обе фазы присутствуют примерно в равных количествах и близки по своим свойствам и структуре. К таким сплавам относятся $(\alpha + \beta)$ -латуни, сплавы на основе титана и др. В настоящей монографии рассматриваются в основном сплавы, содержащие дисперсные фазы.

Все более широкое применение получили металлокерамические сплавы *металл-тугоплавкая дисперсная фаза*, в которых частицы дисперсных фаз сообщают металлу высокие прочностные свойства и высокий температурный уровень разупрочнения. Это стимулировало развитие исследований механизма рекристаллизации в гетерофазных сплавах и влияния частиц вторых фаз на характер дислокационной структуры, формирующейся при деформации и последующем нагреве.

Исследования рекристаллизации сплавов, содержащих твердые дисперсные частицы второй фазы, показали, что эти частицы в одних случаях могут ускорять рекристаллизацию матрицы, а в других, наоборот, затруднять ее и даже блокировать.

Так, в одной из первых работ, выполненных в этом направлении (А.И.Китайгородский), было установлено, что присутствие небольшого количества частиц Cu_2O в меди ($\sim 0,02\%$ (об.)) понизило ее t_p^n на $80\ldots 100^\circ$. Аналогичный эффект отмечен при введении частиц карбида титана в твердый раствор никеля с титаном. Были исследованы два нестареющих сплава: 1) $\text{Ni} + 3,05\%$ Ti однофазный; 2) $\text{Ni} + 3,4\%$ $\text{Ti} + 0,4\%$ C — содержащий около $2,0\%$ (об.) первичных карбидов титана. Несмотря на несколько большее содержание титана в сплаве 2, рекристаллизация в нем начинается раньше, чем в сплаве 1. При 600°C это время составило 50 и 20 мин, а при 575°C — 200 и 50 мин соответственно.

В середине 50-х годов XX в. начали появляться работы, в которых было показано, что увеличение количества второй фазы повышает температуру рекристаллизации и эффективную энергию активации процесса. Так, введение в вольфрам некоторых нерастворимых примесей (Al_2O_3 , SiO_2) повышает t_p^n вольфрама на несколько сотен градусов (с 1680 до 2115°C).

В гетерофазном сплаве $\text{Al} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (САП), полученном спеканием порошинок алюминия, покрытых тонким слоем окисла, рекристаллизация алюминия идет при температурах, значительно более высоких, чем в отсутствие частиц Al_2O_3 (см. ниже).

Температурный уровень рекристаллизации хромовой бронзы состава $\text{Cu} + 0,5\%$ (масс.) Cr оказался сильно зависящим от размера частиц избыточного хрома (И.Г. Равич). Когда размер этих частиц был равен $2\ldots 4$ мкм, температурный интервал рекристаллизации составлял $200\ldots 400^\circ\text{C}$. В присутствии же до деформации более дисперсных частиц (десятые доли микрона) этот интервал сместился в область $400\ldots 800^\circ\text{C}$.

В.К. Бабич [5] исследовал отдельно рекристаллизацию избыточного феррита и феррита, входящего в перлитные колонии. Оказалось, что в избыточном феррите после сравнительно небольших обжатов (до 20%) зарождение центров рекристаллизации и их рост начинаются при нагреве примерно на

500 °С, что намного ниже, чем в случае безуглеродистого железа, деформированного на такую же степень. Начинается процесс, как правило, у внешних границ перлитных колоний, т. е. на границах феррит-перлит.

Совсем иначе ведет себя феррит перлитных колоний. До тех пор, пока сохраняется пластинчатость цементита в этих колониях, первичная рекристаллизация феррита, входящего в перлит, не начинается даже при нагреве на 550 °С и не завершается после нагрева на 600 °С, в то время как в избыточном феррите при таком нагреве успевает пройти и собирательная рекристаллизация. Сфероидизация цементитных пластин и их коагуляция снижают температуру рекристаллизации феррита, входящего в перлит.

Таким образом, частицы цементита, в зависимости от их формы, в одних микроучастках образца облегчают рекристаллизацию, а в других затрудняют ее.

В работе Донерти и Мартина [6], изучавших рекристаллизацию состаренных сплавов Al-Cu, содержащих частицы фазы Cu_2Al (θ -фаза), показано, что фаза может либо ускорять, либо замедлять рекристаллизацию, причем определяющим фактором является расстояние между частицами, а не объемная доля частиц θ -фазы. При расстояниях между частицами меньше 2000...3000 Å проявляется замедляющее их действие, а при расстояниях больших ≈ 3000 Å — ускоряющее.

Чтобы понять эти результаты, следует проанализировать, на каких основных факторах, определяющих склонность к рекристаллизации, может сказаться присутствие в сплаве до деформации дисперсных частиц фаз, отличных от матрицы. Частицы других фаз могут:

- изменять характер дислокационной структуры матрицы, возникающей при деформации;
- изменять условия перераспределения дислокаций и миграции границ при нагреве за счет барьерного механизма, т. е. условия формирования и роста центров рекристаллизации;
- вызывать при нагреве фазовый наклеп матрицы, возникающий вследствие разности коэффициентов термического расширения с матрицей и разности упругих модулей граничащих фаз;
- вуалировать истинное начало рекристаллизации вследствие дробления самих частиц при пластической деформации

и усиления барьерного эффекта, а также вследствие фазового наклепа.

Рассмотрим особенности изменения дислокационной структуры при деформации сплавов, содержащих частицы других фаз.

В общем случае частицы служат барьерами для дислокаций, движущихся в матрице при деформации. Это приводит к локальному увеличению плотности дислокаций в микрообъемах матрицы, прилегающих к частицам, к возрастанию избытка дислокаций одного знака и, как следствие, к увеличению локальных изгибов кристаллической решетки в этих областях. При нагреве эти области становятся местами предпочтительного образования зародышей рекристаллизации. Чем крупнее размер частиц и чем менее правильна их внешняя форма, тем сильнее эффект образования локальных изгибов, тем при меньших деформациях они возникают. Это объясняет приведенные выше случаи понижения температуры рекристаллизации включениями, факт предпочтительного образования зародышей в локальных областях избыточного феррита, прилегающих к перлитным колониям, неметаллическим включениям и др.

Однако все это справедливо только для случаев, когда размер частиц и расстояния между ними достаточно велики (десятые доли микрона и более), а объем, занимаемый частицами, относительно мал ($< 4...5\%$). Если же частицы дисперсной фазы и межчастичные расстояния имеют размеры меньше, а объемная доля больше указанной, то дислокационная структура, возникающая при деформации, обуславливает замедление рекристаллизации.

Дислокационная структура гетерофазных сплавов и ее изменение при рекристаллизации были исследованы в работах Хорнбогена с сотр. и других авторов [3, 6, 7]. В большинстве из них изучали сплавы, в которых вторая фаза представляет собой окислы, полученные методом внутреннего окисления. Пренебрежимо малая растворимость и малая склонность к коагуляции этих фаз делают их особо удобными для выяснения роли самих частиц.

Одним из типичных по методике и результатам является исследование [8]. В нем изучали структуру деформированных внутренне окисленных сплавов Ag-Mg (оксидная фаза MgO)

и Cu-Al (оксид Al_2O_3). Размеры частиц MgO и расстояния между ними были равны ~ 60 и $200\ldots 300 \text{ \AA}$, частиц Al_2O_3 — соответственно $\sim 500 \text{ \AA}$ и $1800\ldots 2500 \text{ \AA}$.

Окисленные полосы деформировали прокаткой при комнатной температуре на степени от 5 до 75 %, после чего изучали их дислокационную структуру. Для сравнения аналогичным деформациям и исследованию подвергали чистые серебро и медь.

В сплавах, содержащих частицы окислов, плотность дислокаций уже после малых степеней деформации ($\sim 5\%$) оказывается значительно больше, чем в соответствующих чистых металлах.

Дислокации содержат большое число ступенек и имеют сложный вид. Распределены дислокации однородно и хаотично по всей матрице. Признаки ячеистой структуры появляются при деформациях значительно больших, чем в чистых металлах, и тем больших, чем меньше размер частиц и межчастичные расстояния.

Аналогичный эффект, как уже отмечалось, наблюдал В.К. Бабич в углеродистой стали, содержащей колонии пластинчатого перлита и избыточный феррит. С помощью серий электронограмм были определены средние изменения ориентировки решетки в чистых серебре и меди и сплавах Ag-MgO и Cu- Al_2O_3 на участках одинаковой протяженности, равной 3 мкм. Полученные структурные характеристики приведены в табл. 6.3.

Существенно иной является и текстура гетерофазных сплавов. Ориентировки $\{100\} \langle 112 \rangle$, которая характерна для чис-

Таблица 6.3. Структурные характеристики чистых серебра и меди и гетерофазных композиций Ag-MgO и Cu- Al_2O_3 после прокатки ($\epsilon = 75\%$)

Материал	Средний размер ячейки, мкм	Интервал размеров ячейки, мкм	Разориентировка поперек стенок ячеек, град	Изменение ориентировки решетки на расстоянии 3 мкм, град
Ag	0,45	0,2–1,0	5–13	28
Ag-MgO	0,15	0,08–0,4	2–4	10
Cu	0,5	0,3–1,2	2–6	14
Cu- Al_2O_3	0,35	0,2–0,5	2–4	12

тых серебра и меди, в гетерофазных материалах вообще обнаружено не было. Текстура в последних оказалась очень слабо выраженной и многокомпонентной. Так, в сплаве Ag-MgO были обнаружены в качестве основных ориентировки $\{110\}$ и $\{112\}$, а в качестве дополнительных — $\{130\}$ и $\{111\}$.

Наличие многочисленных дислокационных источников должно, помимо резкого повышения плотности дислокаций, уже при малых степенях деформации привести к активизации скольжения во многих системах. Это наблюдалось экспериментально в системе Al-Cu [3]. Облегчение множественного скольжения должно, в свою очередь, привести к более однородному распределению дислокаций, к менее четко выраженной текстуре, к ослаблению условий для накопления в локальных объемах избыточных дислокаций одного знака и, как следствие, к уменьшению локальных разориентировок так, что структура вместо ячеистой все больше приближается к структуре с беспорядочным распределением дислокаций.

Барьерное влияние частиц на стадии деформирования действует в том же направлении. Встреча винтовых дислокаций с частицами способствует их поперечному скольжению и образованию на них ступеней и диполей. Краевые дислокации стремятся огибать частицы, а их винтовые сегменты, образующиеся при изгибе, могут поперечно скользить, оставляя в линии дислокации ступени и петли.

До сих пор шла речь только об особенностях изменения при деформации дислокационной структуры матрицы, вызванных присутствием частиц дисперсных фаз. Что касается структуры самих частиц, то большинство авторов не анализировали ее изменений и не принимали ее в расчет. Однако при определенных условиях необходимо учитывать и изменения, вызываемые пластической деформацией в частицах дисперсных фаз.

Эти изменения связаны, прежде всего, с дроблением дисперсных частиц, особенно частиц, имеющих пластинчатую (не глобулярную) форму. Возможность деформации твердых фаз (карбидов, окислов) убедительно показана в работе [5] на примере пластинчатого карбида железа (цементита) и сложных карбидов на его основе. Влияние этого обстоятельства на рекристаллизацию будет рассмотрено ниже.

В то же время частицы изотропной формы могут при больших степенях деформации принимать пластинчатую (сплюсну-

тую) форму, что, например, наблюдалось на частицах кобальта в системе Cu-Co [9]. Это должно способствовать торможению рекристаллизации, особенно при большом количестве частиц.

Рассмотрим теперь влияние частиц на формирование и рост центров рекристаллизации. Это влияние может быть косвенным и прямым. Косвенное обусловлено рассмотренным выше воздействием частиц на характер дислокационной структуры, формирующейся при деформации, оно может быть либо ускоряющим, либо тормозящим. Прямое влияние обусловлено торможением частицами скольжения дислокаций и миграции границ и, соответственно, является только тормозящим.

Наличие небольшого количества (объемная доля $f < 3...4\%$) крупных ($> 0,3...0,4$ мкм) твердых частиц повышает локальную плотность дислокаций и избыток дислокаций одного знака. Большие расстояния между частицами создают условия для беспрепятственной миграции субграниц на расстояния, достаточные для формирования высокоугловых границ. Процесс рекристаллизации в целом идет заметно быстрее, чем в матрице, не содержащей частиц такого размера.

Наличие большого количества ($f > \sim 5\%$ по объему) близко расположенных друг к другу очень мелких частиц (размером $< 0,05...0,01$ мкм, расстояние между частицами $0,10...0,05$ мкм) способствует еще большему общему повышению плотности дислокаций, но избыток дислокаций одного знака при этом значительно меньше, а распределение дислокаций более однородно. Чтобы субграницы превратились в высокоугловые, а субзерна — в зародыши рекристаллизации, границы должны пройти значительно большие расстояния, чем в материале с крупными частицами. В то же время из-за тормозящего действия частиц скорость миграции меньше, чем при наличии крупных частиц.

В результате на начальной стадии отжига формируются субзерна (блоки), но поскольку условий для предпочтительного быстрого роста у них нет, то еще до того, как сформируются центры с высокоугловыми границами, соседние субзерна вырастут до сравнимых размеров и движущая сила роста резко уменьшится. Поэтому дальнейший рост субзерен практически прекращается, и процесс как бы заканчивается на стадии предрекристаллизационной полигонизации.

После очень больших степеней деформации, когда формируется ячеистая структура, отжиг приводит к превращению ячеек в субзерна. Их дальнейшее превращение в зародыши рекристаллизации зависит от однородности размеров ячеек и характера их разориентировок.

Наконец, в промежуточном случае, когда размер частиц находится в пределах 0,3...0,05 мкм, а расстояние между частицами 1,0...0,1 мкм, косвенное влияние частиц перестает быть определяющим. Им становится прямое влияние частиц на перемещение дислокаций, малоугловых и большеугловых границ. Поскольку расстояния между частицами достаточны для формирования зародышей рекристаллизации, окруженных большеугловыми границами, роль частиц сводится, по существу, к торможению роста зародышей. При этом, если количество частиц и расстояния таковы, что размер зародыша получается очень малым (< 1 мкм), обычные методы анализа могут не выявить начала рекристаллизации. Дополнительно вуалированию начала процесса могут способствовать напряжения в матрице, вызванные разностью коэффициентов термического расширения.

Ниже приведены некоторые примеры, иллюстрирующие изложенные положения.

Рекристаллизация феррита стали с разным содержанием карбидов. Были исследованы: сталь с 0,08 % С (масс.), исходное состояние — феррит; сталь Ст3 с 0,15 % С, исходное состояние — феррит + перлит; сталь ШХ15 с 1,5 % С, исходное состояние — зернистый перлит. Хромистая сталь ШХ15, в которой легированный цементит более устойчив против коагуляции, была взята, чтобы проверить роль ослабления влияния растворимости и коагуляции карбидов на рекристаллизацию (рис. 6.9).

Образцы приведенных выше марок стали, подвергали осадке при комнатной температуре на 20, 40, 60 и 80 % и затем разными методами определяли t_p^H в среднем сечении образцов.

Результаты приведены в табл. 6.4. Температура начала рекристаллизации стали Ст3, содержащей небольшое количество карбидов, ниже, чем технического железа.

Кроме того, экспериментально подтверждено влияние большего числа дисперсных частиц (карбидов) на выявляемость

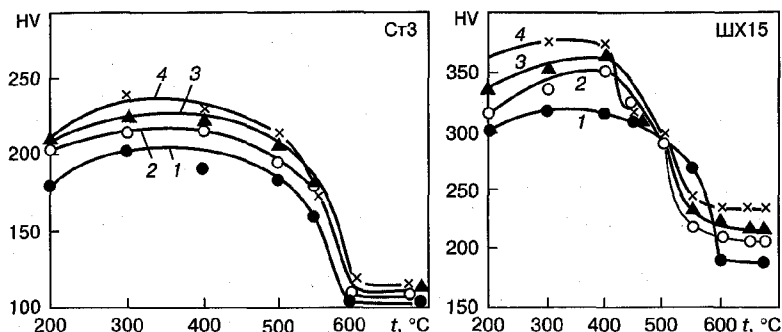


Рис. 6.9. Зависимость твердости двух сортов стали от температуры нагрева после предварительной деформации разных степеней:
 $\epsilon = 20$ (1); 40 (2); 60 (3); 80 (4)

начала рекристаллизации металлографическим способом. Так, для стали ШХ15 при обычной рентгеновской методике получается необъяснимый на первый взгляд результат: t_p^H растет с увеличением степени деформации (см. табл. 6.4). В образцах, деформированных на 40 %, точечные рефлексы выявились при нагреве на 550 °С, а в образцах, осаженных на 80 %, — только при нагреве на 625 °С.

Таблица 6.4. Значения t_p^H сплавов, определенные разными методами

Метод*	Деформация, %				Метод	Деформация, %			
	20	40	60	80		20	30	60	80
Техническое железо					Сталь ШХ15				
Р	600	575	575	550	Р	550	550	550	625
Т	565	575	565	565	Р (м)	—	—	—	550
					Д-Т	—	500	500	450
					Т	670	525	515	510
Сталь Ст3									
Р	600	550	525	525					
Д-Т	—	550	550	540					
Т	585	580	560	550					

*Условные обозначения: Р — рентгенографический метод обычным пучком $d = 1$ мм (съемка на излучении Сг-К); Р (м) — рентгенографический микропучком $d = 0,1$ мм (съемка «на просвет» в излучении Мо-К); Д-Т — дифференциально-твердостный; Т — твердостный, по половинному разупрочнению.

Более понятны результаты, полученные из анализа твердости, даже если принимать за t_p^H температуру разупрочнения на 50 %. В этом случае (см. табл. 6.4) t_p^H снижается по мере увеличения степени деформации.

Если же воспользоваться специальными методами выявления истинного начала рекристаллизации, то результаты окажутся еще более отличающимися от полученных обычным рентгеновским методом. Так, в стали ШХ15, деформированной на 80 %, температура начала рекристаллизации, определенная дифференциально-твердостным методом, равна $\sim 450^\circ\text{C}$, т. е. на 60°C ниже, чем определенная по температуре половинного разупрочнения; в случае деформации на 60 % t_p^H составляет около 500°C , т. е. тоже ниже, чем обычными методами. По-видимому, это связано с тем, что при значительной пластической деформации стали ШХ15 изменяется не только матрица, но и дробится твердая карбидная фаза.

Дробление карбидов в стали ШХ15 при деформации на 80 % было также подтверждено металлографически.

Присутствие карбидов и их дробление приводит к ряду особенностей. Так, упрочнение при деформации тем больше, чем больше карбидов в исходном состоянии. В техническом железе при деформации на 80 % твердость повысилась на HV 100, в стали Ст3 — на HV 120, в стали ШХ15 — на HV 150.

Особый характер имеет и изменение твердости при нагреве деформированной стали, богатой карбидами (см. рис. 6.9). В техническом железе и стали Ст3 при нагреве выше t_p^H твердость у максимально деформированных образцов оказывается такой же, как у более слабо деформированных (Ст3) или даже ниже (техническое железо). В случае стали ШХ15 картина иная. Вплоть до окончания первичной рекристаллизации твердость образцов тем больше, чем сильнее была деформация (различие в твердости весьма существенно HV 40). Эту особенность можно также объяснить измельчением карбидов и ячеистой структуры при деформации и, как следствие, измельчением рекристаллизованных зерен феррита, рост которых дополнительно затрудняется частицами.

Описанный эффект существенно важен для правильной разработки технологии промежуточных разупрочняющих отжигов сталей с разным количеством дисперсных фаз.

В свете этих данных понятно, что с увеличением содержания углерода в углеродистой стали повышаются t_p^H матрицы (α -Fe) и энергия активации процесса, которые автор определял с помощью обычной рентгеновской методики.

Температура, которую ранее принимали за температуру начала рекристаллизации, в действительности является температурой начала интенсивного роста зародышей рекристаллизации, а не истинной t_p^H .

Рекристаллизация сплава Al-Al₂O₃ (САП). Характер структурных изменений при деформации и рекристаллизации в САПе, содержащем 3...4 % Al₂O₃, очень схож с тем, который наблюдается в стали с большим количеством карбидов. Наклеп алюминиевой матрицы при прокатке САПа более значителен, чем чистого алюминия после деформации такой же степени. Происходит также дробление хрупких частиц окисла.

Эти результаты, как и данные, полученные на стали ШХ15, свидетельствуют о том, что несколько объемных процентов дисперсной фазы могут разделить два элементарных процесса рекристаллизации — зародышеобразование и рост зародышей — большим температурным интервалом.

Существенно, что процесс формирования зародышей рекристаллизации, как это видно на примере САПа, вызывает меньшее разупрочнение, чем процесс роста этих зародышей. Поэтому начало разупрочнения в САПе оказывается сдвинутым в сторону более высоких температур примерно на 175...200 °С по сравнению с алюминием.

В сплаве с 6 % Al₂O₃ структурными методами и по изменению твердости начало рекристаллизации в алюминиевой матрице и разупрочнение сплава выявляются только с 500 °С, т. е. при температуре уже на 175 °С выше, чем в алюминии.

Увеличение объемного содержания Al₂O₃ до 9 % привело к качественно иному результату. При нагреве вплоть до 550 °С, т. е. до температур, близких к плавлению алюминиевой матрицы, следов начала рекристаллизации не удалось обнаружить ни по изменению твердости, ни специальными структурными методами выявления истинной t_p^H . Сплав оказался практически не рекристаллизующимся. Можно высказать предположение, что это явление связано с очень малыми и однородными размерами областей алюминиевой матрицы, с очень малой взаимной разориентировкой окруженных барьерами из высо-

кодисперсных частиц Al_2O_3 . Отсутствие условий для перераспределения дислокаций и миграции границ и, следовательно, для формирования центров рекристаллизации ответственно в первую очередь за устойчивость против рекристаллизации сплавов с большим количеством дисперсных частиц.

Сплавы $\text{Ag} + \text{MgO}$ и $\text{Cu} + \text{Al}_2\text{O}_3$. Аналогичное поведение обнаружено и в этих сплавах. В данном случае окисные частицы ответственны за смещение разупрочнения к более высоким температурам.

До сих пор, рассматривая барьерное действие частиц, предполагалось, что в процессе рекристаллизации они остаются неподвижными в матрице. Однако в реальных условиях это не всегда так.

При длительных высокотемпературных отжигах или экспуатационных выдержках границы зерен при своем перемещении под влиянием больших движущих сил могут «тащить» за собой частицы. Это приводит к перераспределению последних, их коагуляции и образованию локальных скоплений.

Взаимодействие включений второй фазы с движущимися границами исследовано рядом отечественных [10, 11] и зарубежных [12, 13] авторов.

Захват частиц мигрирующей границей возможен, если соблюдается условие: $P_{\text{дв}} \leq n_{\text{ч}} P_{\text{торм}}$, где $P_{\text{дв}}$ — удельная движущая сила миграции границы; $P_{\text{торм}}$ — максимальное значение силы взаимодействия между границей и одной частицей; $n_{\text{ч}}$ — плотность частиц в границе. В противном случае частицы не будут тормозить движущуюся границу.

Если граница, пройдя путь X (рис. 6.10), тянет за собой все частицы в пройденном объеме, то количество частиц второй фазы, накопившихся в границе, будет связано с величиной X зависимостью $4\pi r^3 n_{\text{ч}} / 3 = VX$, где V — объемная доля частиц второй фазы в сплаве; r — радиус частицы.

Изменение числа и размера частиц на движущейся границе зерна приве-

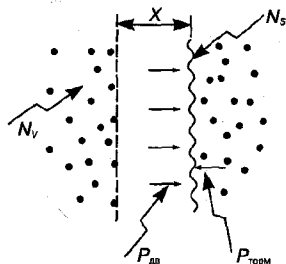


Рис. 6.10. Накопление частиц второй фазы на мигрирующей границе (схема);

N_v и N_s — плотность частиц на единицу площади соответственно; X — расстояние миграции границ; $P_{\text{дв}}$, $P_{\text{торм}}$ — движущая и тормозящая силы миграции границы

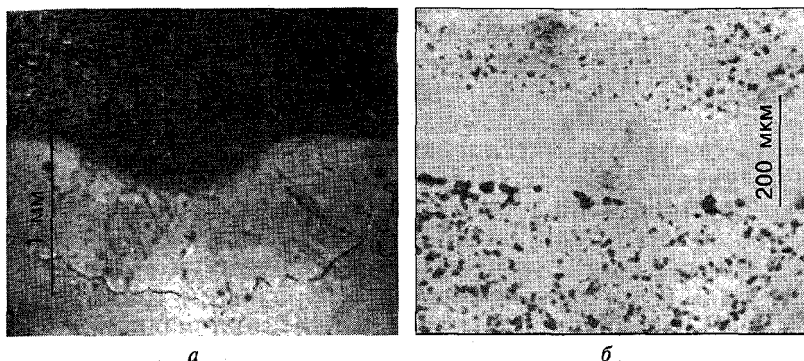


Рис. 6.11. Сечение микрокристалла меди, содержащего частицы SiO_2 после вдавливания индентора и отжига (1000°C , $\tau = 2$ ч): а — после травления для выявления границ зерен (видны рекристаллизованная зона и фронт рекристаллизации); б — участок фронта рекристаллизации при большом увеличении без травления для выявления границ (видна зона, свободная от частиц за фронтом рекристаллизации)

дет к изменению силы взаимодействия $P_{\text{торм}}$ между границей и частицей [12, 13]: $P_{\text{торм}} = (P_{\text{дв}}/n_{\text{ч}}) [1 - n_{\text{ч}}(r \sin \alpha)^2]$. Здесь α — угол между направлением движения границы и радиусом к линии пересечения границы с частицей.

Эшби и Центамор [13] изучали движение в монокристаллах меди частиц оксидов разной структуры (жидких — B_2O_3 и GeO_2 , аморфных — SiO_2 и кристаллических — Al_2O_3) вместе с границами зародышей первичной рекристаллизации. Методика заключалась в том, что в монокристалл меди с равномерно распределенными включениями (их вводили внутренним окислением) вдавливанием индентора и последующим нагревом вводили большеугловые границы. При своей миграции в глубь кристалла границы тащили за собой включения, оставляя позади чистую от частиц область (рис. 6.11).

Зависимость ширины этой области X от температуры и продолжительности отжига позволяла получить данные о скорости миграции, энергии активации процесса и др. Параллельно исследовали микроструктуру сплава и форму частиц. Авторы [13] установили, что путь, пройденный частицами вместе с границей, увеличивается с повышением температуры и уменьшением размера частиц. Скорость миграции границы лимитируется скоростью движения частиц, которая оказывается различной для частиц разной природы. В области высоких тем-

ператур (выше 1000 °С), где три оксида — SiO_2 , GeO_2 , B_2O_3 — относительно жидкотекучи, все эти частицы одинаково высокоподвижны.

В интервале 650...1000 °С максимальной скоростью перемещения обладают частицы, являющиеся жидкими при этих температурах (B_2O_3 , GeO_2). Менее подвижны аморфные частицы и практически неподвижны кристаллические частицы Al_2O_3 .

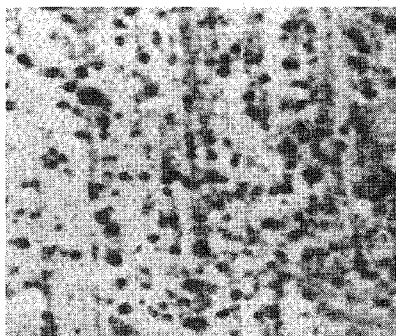
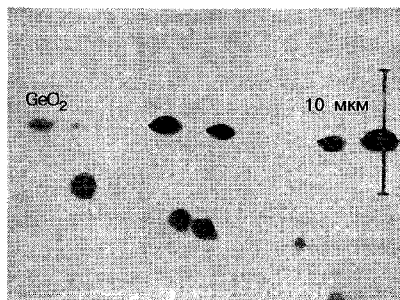
Таким образом, подвижность частиц явно зависит от их вязкости (от скорости самодиффузии и диффузии меди внутри частиц), т. е. от состава и кристаллохимии частиц.

В пользу того, что миграция частиц вместе с границей включает и массоперенос в самой частице, свидетельствует тот факт, что все движущиеся с границей частицы изменяют свою форму по сравнению с той, которую они имели, располагаясь в объеме. Если в объеме все частицы имели сферическую форму, то, попадая на границу, они становятся линзообразными (рис. 6.12).

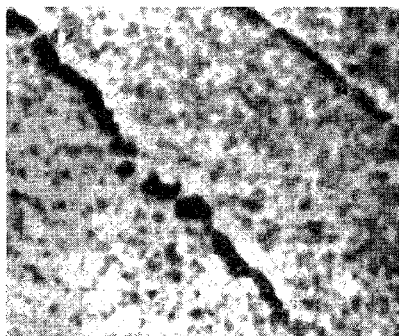
А.В. Серебряков с сотр. [11], анализируя взаимодействие частиц с границей, пришли к выводу о том, что при определенных условиях миграция границы зерен должна осуществляться путем ряда чередующихся стадий — накопления частиц границей при своем движении и отрыва границы от накопившихся на ней частиц. Авторы сформулировали условия совместного движения границы с частицами, их накопления и отрыва границы. Экспериментально они наблюдали прерывистую миграцию границ в сплаве $\text{Cu} + 0,37\% \text{Si}$ (масс.) после внутреннего окисления при 850 °С, холодной прокатки и отжига при 980 °С. Расположение частиц до и после отжига показано на рис. 6.13. Видно, что вместо исходного, равномерного распределения при отжиге образуются скопления, положение которых зафиксировано в момент, отвечающий отрыву границы от частиц. Подобные скопления вообще можно рассматривать как характерный признак прошедшей рекристаллизации в сплаве, в котором до рекристаллизации частицы были равномерно распределены по объему образца.

Особый случай представляет собой рекристаллизация таких гетерофазных сплавов, в которых прослойки одной фазы обволакивают каждую частичку (кристаллит) другой, отделяя последнюю от непосредственного соприкосновения с матрицей. В таких системах большинство большеугловых границ межфазные.

Рис. 6.12. Преобразование сферической формы частиц GeO_2 в линзообразную форму в результате их движения вместе с границей



а



б

Рис. 6.13. Расположение частиц SiO_2 в сплаве $\text{Cu} + 0,37\% \text{Si}$ до (а) и после (б) внутреннего окисления при 850°C , холодной прокатки и отжига при 980°C

К подобного рода системам относятся многие из получаемых методами порошковой металлургии. Это могут быть смеси порошков разных металлов (сплавов), порошки металлов, поверхность частичек которых окислена или подвергнута какому-либо другому химическому или термохимическому воздействию. Очень распространен случай, когда в шихту вводят добавки, которые при температуре спекания образуют жидкую фазу, обволакивающую частички основного более тугоплавкого вещества.

Особенности рекристаллизации и роста зерен в таких системах изучал Я.Е. Гегузин с сотр. [14].

Теоретический расчет, подтвержденный экспериментом, показал, что кинетика роста размера зерен на стадии собирательной рекристаллизации подчиняется в таких сплавах не закону $(D - D_0) \sim \tau$ или $(R - R_0) \sim \tau$, как это имеет место для однофазных систем, а закону $(R^3 - R_0^3) \sim \tau$.

Авторы работы [15] истолковали это как доказательство того, что скорость роста зерен в таких гетерофазных системах контролируется не процессами атомных перемещений на границе, а процессом диффузионного переноса массы через прослойку второй фазы.

В таком случае, помимо диффузионных характеристик этой прослойки, существенное влияние на скорость роста зерен оказывает толщина прослойки. Укрупнение зерен должно идти с тем большей скоростью, чем меньше толщина прослойки, т. е. зависимость должна иметь вид: $(R^3 - R_0^3) \sim \tau/H$, где H — толщина прослойки, τ — продолжительность отжига.

Библиографический список к главе 6

1. Горелик С.С. Производство и обработка стали и сплавов. — М.: Металлургия, 1960. — (МИСиС, сб № 39). — С. 381–399.
2. Hornbogen T. // Praktische Metallographie. 1970. — Bd 7, № 7. — S. 349–360.
3. Köster U. // Recrystallization of Metallic Materials. — Stuttgart: F. Haessner, 1971. — P. 215–256.
4. Полеся А.Ф., Пасальский В.М. // ФММ. 1969. — Т. 28, вып. 4. — С. 661–667.
5. Бабич В.К., Пирогов В.А. // Взаимодействие между дислокациями и атомами примесей в металлах и сплавах. — Тула.: Тульский политех. ин-т, 1969. — С. 251–256.
6. Doherty R.D., Martin J.W. // J. Metals. 1963. — V. 91, № 10. — P. 332–338.
7. Ahlborn H., Hornbogen E., Köster U. // J. Mater. Science. 1969. — V. 4, № 11. — P. 944–950.
8. Brimha J.L., Huggins R.A. // Trans. AJME. 1965. — V. 233. — P. 1076–1084.
9. Phillips V.A. // Trans. AJME. 1965. — V. 236. — P. 1302–1311.
10. Гегузин Я.Е. Физика спекания. — М.: Наука, 1967. — 360 с.
11. Serebryakov A.U., Redkova T.M., Lobanov V.J. // Phys. Stat. Solid (a). 1972. — V. 14, № 1. — P. 77–81.
12. Shemnon P.G. // Trans. AJME. 1964. — V. 230. — P. 1134–1137.
13. Ashly M.F., Centamore R.M. // Acta Metal. 1968. — V. 15. — P. 1081–1092.
14. Гегузин Я.А., Клиничук Ю.И. // ФММ. 1974. — Т. 37, вып. 5. — С. 1099–1101.
15. Гегузин Я.А., Кривоглаз М.А. Движение макроскопических включений в твердых телах. — М.: Металлургия, 1971. — 344 с.

Глава 7

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПОСЛЕ КРИТИЧЕСКОЙ СТЕПЕНИ ДЕФОРМАЦИИ

7.1. Общие закономерности

Зависимость величины зерна поликристаллов после рекристаллизационного отжига от степени предварительной деформации не является монотонной. Она характеризуется наличием как минимум одного, а во многих сплавах и нескольких максимумов величины зерна, существенно влияющих на свойства.

Первый максимум, приходящийся на интервал малых степеней деформации, получивших название *критических степеней деформации* — $\epsilon_{кр}$, проявляется в разной степени практически во всех металлах и сплавах. Эффект от деформации на критическую степень $\epsilon_{кр}$ проявляется различно для монокристаллов и поликристаллов.

В случае монокристаллов он связан с появлением первых рекристаллизованных зерен и приводит к уменьшению среднего размера зерна; $\epsilon_{кр}$ при этом соответствует минимальной степени деформации, вызывающей начало уменьшения $\bar{D}$ (рис. 7.1, кривая 1).

В случае поликристаллов появление малого числа первых центров рекристаллизации, меньшего, чем число исходных зерен, и их рост за

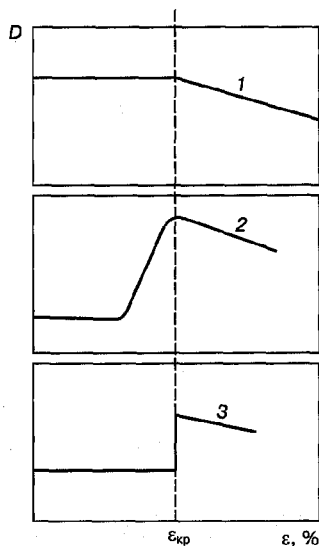


Рис. 7.1. Характер изменения величины зерна $\bar{D}$ при рекристаллизации после холодной деформации на критическую степень:
1 — для монокристаллов;
2, 3 — для поликристаллов

счет деформированной матрицы должны привести по завершении первичной рекристаллизации к увеличению $\bar{D}$ рекристаллизованных зерен по сравнению с исходными (до деформации); $\epsilon_{кр}$ при этом будет соответствовать максимуму на кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$ (рис. 7.1, кривые 2 и 3).

Однако этот максимум может быть вызван не только появлением первых истинных зародышей первичной рекристаллизации, но и ростом одних исходных зерен (слабее деформированных) за счет других (сильнее деформированных). Тогда деформация, соответствующая первому максимуму на кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$, уже не будет «критической» в указанном выше смысле.

Степени деформации, способствующие укрупнению зерен как вследствие малого числа зародышей, так и вследствие поглощения одних исходных более наклепанных зерен другими, более совершенными, как будет показано ниже, очень близки по абсолютной величине, и поэтому наличие двух механизмов и их различие не сразу было установлено. В настоящее время общепринято для случая поликристаллов обозначать понятием критическая степень $\epsilon_{кр}$ ту минимальную степень деформации, которая вызывает появление первого максимума величины зерна на кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$, независимо от причины появления этого максимума.

В табл. 7.1 приведены значения критической степени деформации, по данным разных авторов, и отношения величины зерна после деформации на $\epsilon_{кр}$ и последующего рекристаллизационного нагрева к величине зерна недеформированного металла, нагретого на ту же температуру ($\bar{D}_{кр}/\bar{D}_0$), для ряда металлов и сплавов. Как следует из данных таблицы, «критическая» степень деформации составляет несколько процентов.

Если длительность нагрева не превышает 1...2 ч, а температура нагрева не превышает $0,8 T_{пл}$, то степень укрупнения структуры $\bar{D}_{кр}/\bar{D}_0$ колеблется в пределах 3...10.

Данные приведенные в табл. 7.1 и на рис. 7.2 показывают, что величина $\epsilon_{кр}$ и форма первого максимума на кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$ зависят от условий деформации и нагрева, исходной микроструктуры, природы и чистоты металла и др.

По мере увеличения степени деформации сверх $\epsilon_{кр}$ величина $\bar{D}$ плавно уменьшается. Это хорошо согласуется с представ-

лениями о том, что первый максимум связан с малым числом истинных зародышей. Чем их меньше, тем крупнее зерно.

Однако во многих исследованиях показано, что кривая $\bar{D} = f(\epsilon)$ не всегда имеет скачкообразный характер (рис. 7.3, кривые 1 и 2). Степень скачкообразности зависит от многих

Таблица 7.1. Критическая степень деформации разных металлов и связанное с ней укрупнение структуры при последующем нагреве

Металлы (сплав)	$\bar{D}_{\text{исх, МКМ}}$	Характер деформации	$t_{\text{нагр, } ^\circ\text{C}}$	$\epsilon_{\text{кр, \%}}$	Степень укрупнения зерна при нагреве после $\epsilon_{\text{кр}}$ $\bar{D}_{\text{кр}}/\bar{D}_{\text{исх}}$
Fe	60	Прокатка	800	5,5	9
			875	2,5	12
Fe + Si	120	Осадка на прессе	900*	6,0	3,0
			900	8,0	2,5
		Прокатка	900	8,5	13
			($\tau = 3 \text{ ч}$)		
		Осадка	1200	5,0	10
			($\tau = 1 \text{ ч}$)		
Сталь ШХ15	120	Горячая деформация	900	3	2,5
			1000	2	5
Al (99,99 %)	80	Осадка на прессе	400	6,5	7,5
			500	5,5	5
	150	— « —	550	2,3	8
	770	— « —	550	1,0	7
Cu (99,99 %)	70	Прокатка	800	1,0	10
			500	4,3	3
Cu + 0,5 % Cr	70	Прокатка	1000	2,0	8–10
Cu + 0,5 % Cr	70	Прокатка после предварительного старения при 700 °C	1000	18,0	8
Cu + 0,013 % Fe	70	Прокатка	800	5,0	—
Ti	20	— « —	815	8	—
Ti + C (0,08 %)	20	— « —	650	10	—
Ti + W (0,144 %)	20	— « —	815	10	—
Ti + N (0,049 %)	20	— « —	600	12	—
Ti + C (0,04 %)	20	— « —	815	10	—
Ti + Fe (0,2 %)	20	— « —	600	12	—

* Нагрев т.в.ч.

факторов, как и само значение $\epsilon_{кр}$, и прежде всего — от температуры нагрева.

Во всех случаях с ростом температуры отжига $\epsilon_{кр}$ смещается к меньшим значениям, а величина $\bar{D}$ после нагрева, отвечающая $\epsilon_{кр}$, резко увеличивается (см. рис. 7.2, табл. 7.1). При этом изменение температуры (как и скорости деформации и нагрева) резко влияет на положение левой, восходящей части кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$, делая ее с понижением температуры и уменьшением скорости деформации и нагрева более полой, и слабо влияет на положение и ход нисходящей части кривой. Для разных температур отжига точки на этой части кривой практически ложатся на одну линию (см. рис. 7.2).

Повышение температуры и скорости нагрева, скорости деформации, увеличение размера исходного зерна смешают $\epsilon_{кр}$ к меньшим степеням деформации (рис. 7.4) [1, 2].

Смещение $\epsilon_{кр}$ в сторону меньших значений ϵ при увеличении размера исходного зерна становится резко выраженным в присутствии большого количества дисперсных частиц второй фазы. Характерной иллюстрацией этого могут служить данные, полученные для хромистой бронзы состава $\text{Cu} + 0,5\% \text{Cr}$, в

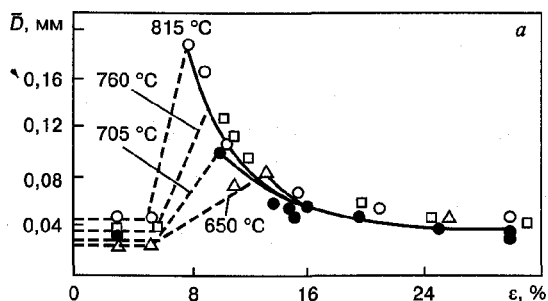
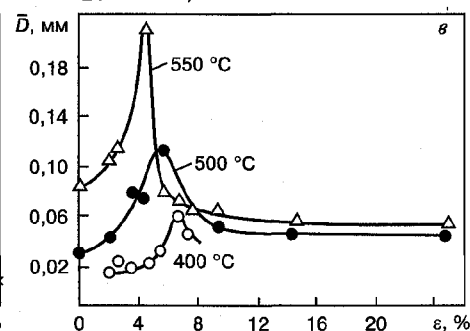
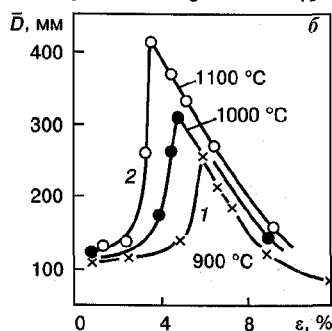


Рис. 7.2. Зависимость величины зерна после рекристаллизационного отжига от степени деформации и температуры отжига:
а — технически чистый титан; б — сплав $\text{Fe} + 3\% \text{Si}$; в — алюминий



которой часть хрома присутствует в виде дисперсных частиц [3]. Для мелкозернистых образцов критическая степень деформации оказалась очень большой, равной 18...20 % вместо ~ 2 % для образцов с крупным исходным зерном, полученным высокотемпературным нагревом, при котором дисперсные частицы растворились. Систематические данные о влиянии примесей на положение $\epsilon_{кр}$ получены для алюминиевых сплавов. Если медь и цинк, хорошо растворимые в алюминии, не влияют на величину критической степени, то железо и в большей степени марганец, плохо растворимые, сдвигают $\epsilon_{кр}$ к более высоким степеням деформации. Столь резкое влияние железа и марганца связано с наличием на границах зерен частиц соответствующих избыточных фаз ($FeAl_3$ и Al_6Mn).

Очевидно, что такое влияние частиц дисперсных фаз проявляется при нагреве на температуры, при которых они не растворяются или растворяются слабо. Если же рекристаллизационный нагрев сопровождается заметным (но не чрезмерно быстрым) раство-

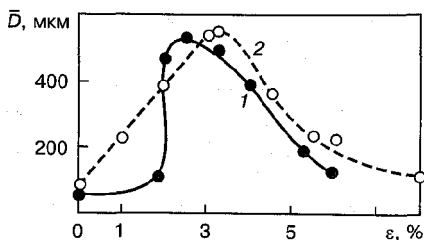


Рис. 7.3. Влияние температуры деформации на характер кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$ сплава Ni - 10 % Cr, отжиг при 1100 °C, 1 ч; деформация при 20° (1) и 800 °C (2)

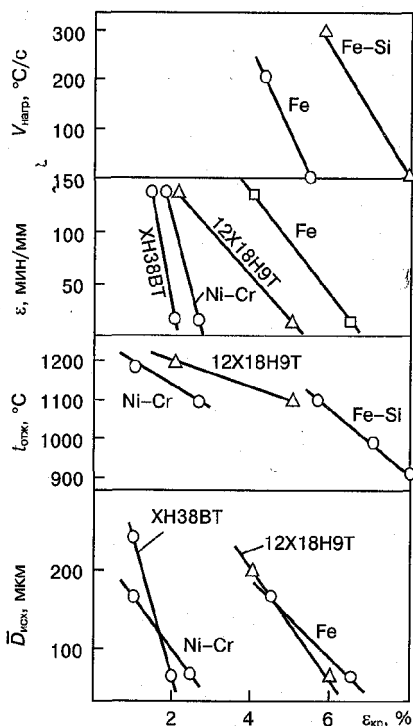


Рис. 7.4. Влияние различных факторов на величину критической степени деформации

нием дисперсных частиц, то при нагреве после $\epsilon_{кр}$ растворение может привести к бурному росту зерен, намного более интенсивному, чем в отсутствии этих частиц. Это имеет место при условии, что *скорость миграции границ превышает скорость растворения дисперсных частиц*. Форма соответствующего максимума на кривой зависимости $\bar{D} = f(\epsilon)$ имеет при этом вид, характерный для скачкообразного изменения $\bar{D}$ при $\epsilon_{кр}$ (см. рис. 7.2, б).

7.2. Механизм рекристаллизации после критической деформации

До середины прошлого столетия существовали две точки зрения на механизм критической рекристаллизации. Первая сводится к тому, что рекристаллизация после критической деформации ничем принципиально не отличается от рекристаллизации после больших степеней деформации и идет через образование зародышей новых неискаженных зерен. Крупнозернистость связана с малым числом этих зародышей.

Вторая точка зрения сводится к тому, что крупное зерно образуется путем роста одних исходных, менее искаженных, зерен за счет других, более искаженных. В связи с этим вопрос о движущих силах и механизме укрупнения зерен при критической рекристаллизации исследовался более детально.

Каждая из этих двух точек зрения, хотя и не имела убедительного экспериментального подтверждения, рассматривалась авторами как единственно справедливая.

Экспериментальное выяснение этого вопроса было принципиально важно. Разные механизмы образования крупнозернистости при нагреве после $\epsilon_{кр}$ должны сказаться на субструктуре и внутренней энергии крупных зерен, величине зерна, на термической стабильности этих зерен, способах предотвращения крупнозернистости и управления величиной зерна. Важно было установить, какой из этих максимумов образуется при нагреве после меньшей степени деформации и т. д. Логично было предположить, что крупные зерна с меньшей свободной энергией при длительном нагреве могут расти за счет зерен с большей энергией независимо от их размера.

Бурке и Шиу [4] в результате непосредственного наблюдения за механизмом рекристаллизации в слабо деформирован-

ной латуни пришли к выводу, что укрупнение исходных зерен после критической деформации и зародышеобразование — конкурирующие процессы, различающиеся длительностью инкубационного периода.

Последующие рентгеноструктурные и микроскопические исследования [5] показали, что пластическая деформация с обычными скоростями, начиная с самых малых степеней и при температурах до $0,7...0,8 T_{пл}$, осуществляется внутризеренными сдвигами, т. е. движением дислокаций. Структурные изменения после малых деформаций имеют некоторые особенности, обуславливающие механизмы критической рекристаллизации. Это касается прежде всего *микронеоднородного характера деформации* и влияния скорости деформации на эту неоднородность.

В табл. 7.2 приведены значения углов разориентировки β в пределах отдельных кристаллитов нихрома после обработки по разным режимам. Уже весьма малые деформации увеличивают углы β , что заметно даже при визуальном просмотре рентгенограмм по тангенциальному размытию рефлексов и свидетельствует об изменении внутризеренной субструктуры.

Если до осадки интервал углов β составлял от 20 до 50 мин ($\Delta\beta = 30$ мин), то после осадки на копре (т. е. с большой скоростью деформации) — от 21 до 79 мин ($\Delta\beta = 58$ мин), а после осадки на прессе (т. е. с малой скоростью деформации) — от 42 до 90 мин ($\Delta\beta = 48$ мин). Следовательно, при осадке с большей скоростью на копре наряду с зернами, которые испытали значительную деформацию, сохранились и зерна, практически не деформированные. При осадке на прессе (малая скорость) недеформированных зерен не осталось, а максимальная разориентировка оказалась много большей, чем после осадки на копре.

Таблица 7.2. Углы разориентировки β_{min} отдельных кристаллитов нихрома

ε , %	$\beta_{их min}$	β_{min} после деформации со скоростью, см/с ⁻¹	
		400*	0,03**
0	20–50	—	—
1	20–50	21–79	42–90
8,5	20–50	16–29	15–28

* Осадка на копре.

** Осадка на прессе.

На мелкозернистых образцах нихрома и железа было установлено, что деформация на прессе более равномерна, а вызванные ею неоднородные микронапряжения более значительны. Уже после осадки на 2 % под прессом на рентгенограмме не сохраняется практически ни одного четкого рефлекса, в то время как после осадки на 2,5 % на копре их сохраняется довольно много.

Вместе с тем размытость рефлексов в радиальном направлении при осадке на копре больше, чем при осадке на прессе. Очевидно, при деформации с большей скоростью происходят дополнительные структурные изменения (кроме диспергирования структуры и создания неоднородных микронапряжений). В отдельных зернах (микрообъемах) создаются локальные макронапряжения, вызывающие однородные изменения межплоскостных расстояний.

С использованием прицельной рентгеновской съемки были обнаружены [5] упругие макронапряжения, не однородно распределенные по микрообъемам, но однородные в пределах данного микрообъема (зерна). На рис. 7.5 приведена рентгенограмма деформированного сплава Fe + 3 % Si. Стрелками (1, 2, 3) показаны отдельные рефлексы, которые заметно выходят за пределы дебаевского кольца. Это может быть истолковано только как результат упругого сжатия в одних зернах и растяжения в других. Эти напряжения являются, по-видимому, следствием неравномерности деформации разных зерен или групп зерен. Уменьшение скорости деформации ослабляет этот эффект, что, очевидно, связано с деформацией внутри различно ориентированных кристаллитов. При этом однородные микронапряжения локализуются в меньших объемах. Со-

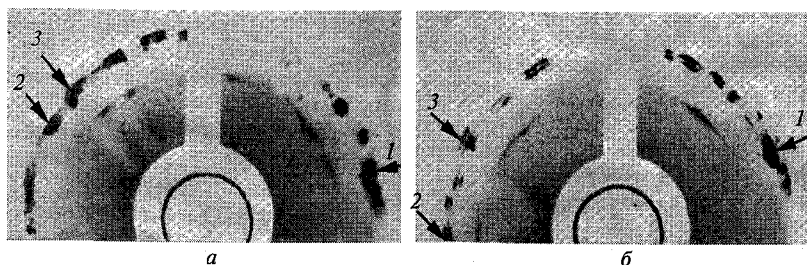


Рис. 7.5. Рентгенограммы сплава Fe + 3% Si (Дебаевское кольцо (211)) после деформации осадкой на копре на $\epsilon < \epsilon_{кр}$ (а) и последующего нагрева при 900 °C, 30 мин (б). Сняты методом прицельной съемки

ответственно уменьшается и их градиент. Как будет показано дальше, эти напряжения очень устойчивы.

Из сказанного можно заключить, что при малых (докритических и критических) степенях деформации возникают два вида искажений — внутризеренное дислокационное скольжение и межзеренные упругие локальные деформации типа макронапряжений.

Неоднородные условия деформации вызывают напряжения в микрообъемах, охватывающих несколько зерен. С увеличением скорости деформации этот эффект проявляется более резко.

Ниже излагаются некоторые результаты исследований, проведенных с целью непосредственного ответа на вопрос о том, какой из двух возможных механизмов — образование и рост малого числа центров или рост некоторых исходных зерен — ответственен за первый истинный максимум после критической деформации и за левую вставку суммарного максимума.

Методом количественной металлографии была исследована рекристаллизация технического железа [6], предварительно обработанного на одинаковый размер зерна ($\bar{D} = 60$ мкм).

Цилиндрические образцы осаживали под прессом на разные степени деформации. Нагрев на 800°C осуществляли с большой скоростью ($200^\circ\text{C}/\text{с}$) токами высокой частоты. Это позволило проанализировать изменения структуры начиная с очень коротких выдержек при 800°C (2...3 с), считая от времени прогрева (4 с).

Полученная зависимость средней величины зерна от продолжительности отжига (рис. 7.6) свидетельствует о том, что укрупнение структуры при рекристаллизации после критической деформации $\epsilon_{\text{кр}} = 4,5\%$ начинается путем роста некоторых исходных зерен. Только так можно истолковать непрерывный рост $\bar{D}_0$ во времени. В противном случае при образовании даже небольшого числа новых зерен значение $\bar{D}$ должно было временно уменьшиться и на кривой $\bar{D} = f(\tau)$, был бы перегиб, как на кривой для $\epsilon = 7\%$.

При нагреве после 10%-й деформации (закритической) на первых порах, вплоть до отжига длительностью 1...2 мин, основным процессом, выявляемым металлографически, также является рост некоторых исходных зерен, который идет с еще большей скоростью. Однако с дальнейшим увеличением про-

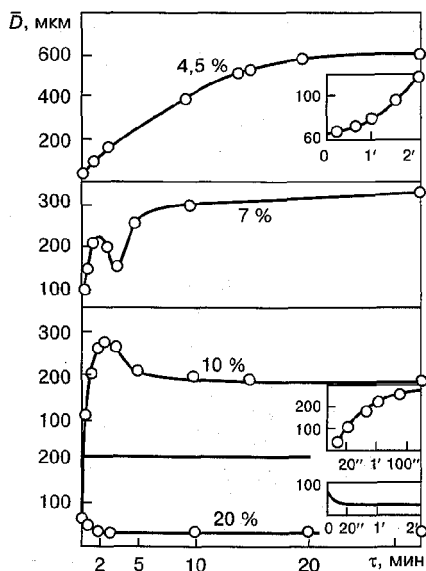


Рис. 7.6. Зависимость средней величины зерна в железе, деформированном на разные степени от длительности последующего нагрева при 800 °С ($\times 400$)

становятся различными после нагрева продолжительностью в несколько (3...5) секунд.

Следовательно, рекристаллизованные зерна, возникшие как зародыши, обладают большей стабильностью и растут частично за счет крупных зерен, образовавшихся на более ранних стадиях отжига собирательным путем. Таким образом, при кратковременном отжиге (до 3...5 мин) структура, возникающая в техническом железе, степень деформации которого была несколько выше критической, нестабильна. Этот вывод очень важен практически.

Приведенные результаты статистического анализа подтверждаются и непосредственным наблюдением структурных изменений.

На рис. 7.7 приведены микроструктуры, по которым можно проследить, как в процессе нагрева некоторые из зерен, имевшихся в деформированном металле до нагрева, стали центрами, из которых выросли затем крупные зерна. Так, зерно А, обведенное пунктиром (рис. 7.7, в), выросло из исходного зер-

должительности отжига $\bar{D}$ начинает уменьшаться, так как становятся видимыми зародыши новых рекристаллизованных зерен. Конечная структура в этом случае является результатом двух конкурирующих процессов — «собирательной» рекристаллизации исходных зерен и рекристаллизации зародышеобразованием. Еще большее повышение степени деформации (до 20 %) приводит к тому, что рекристаллизация практически целиком осуществляется только путем образования и роста зародышей рекристаллизации. Скорость этих процессов уже так велика, что зародыши

на А (рис. 7.7, а). За то время, что зерно А увеличилось в несколько раз, размеры окружающих его зерен практически не изменились.

Тот же результат удалось получить и прицельной рентгеновской съемкой [5]. На рис. 7.8 приведены рентгенограммы образца сплава Fe—Si, деформированного на критическую степень деформации, снятые с одних и тех же участков до и после нагрева. В местах размытых рефлексов, выявленных в деформированном состоянии (указаны стрелками 1, 10, 11 на рис. 7.8, а), после нагрева появляется небольшое число крупных точечных рефлексов (1, 10, 11, рис. 7.8, б).



Рис. 7.7. Образование крупного зерна при рекристаллизации нихрома после деформации на $\epsilon_{кр}$:

а — исходное состояние после деформации; б, в — после нагрева при 1050 °С в течение 30 и 120 мин соответственно ($\times 200$)

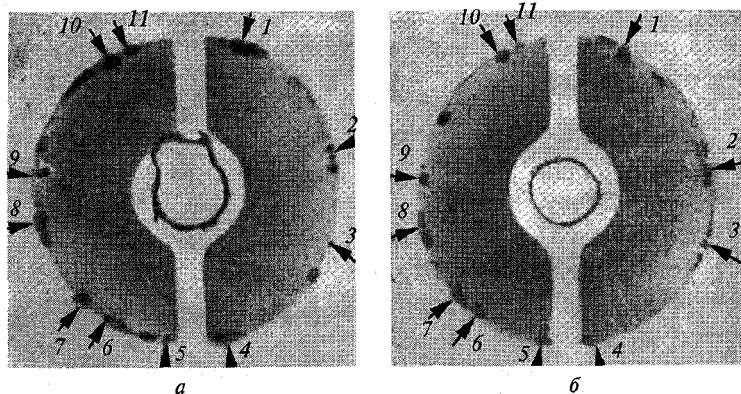


Рис. 7.8. Рентгенограммы образца сплава Fe + 3 % Si, деформированного на $\epsilon_{кр} = 8,2\%$, до (а) и после (б) рекристаллизационного отжига (800 °С, 30 мин). Прицельная съемка

Часть этих рефлексов располагается в местах, которые до нагрева были заняты наименее размытыми рефлексами (см., например, рефлексы 9, 4, 11 на рис. 7.8, а, б). После осадки на закритическую степень связи между расположением старых и новых отражений установить нельзя. Таким образом, и по рентгеновским данным крупные зерна при нагреве после критической деформации вначале вырастают из исходных зерен, причем из тех зерен, которые были наименее деформированы.

Какие же процессы происходят при нагреве металла, степень деформации которого меньше критической?

Прицельная рентгеновская съемка показала, что рефлексы, имеющие на рентгенограмме металла, деформированного на $\epsilon < \epsilon_{кр}$, вид дужек, размытых вдоль интерференционных колец, в результате отжига расщепляются на мелкие, относительно острые точечные пятна.

Такое расщепление размытых рефлексов можно истолковать как результат прошедшей при отжиге стабилизирующей полигонизации, вызванной перераспределением дислокаций в более стабильные и энергетически выгодные группировки.

На рис. 7.5 показаны стрелками рефлексы на Дебаевской окружности (211) от отдельных упругосжатых кристаллитов деформированного сплава Fe + 3 % Si. Они расположены под отражающим углом, отвечающим меньшему межплоскостному расстоянию, чем большинство других рефлексов на окружности (211). После нагрева при 900 °C в течение 30 мин рефлекс переместился к меньшим углам отражения, что свидетельствует об увеличении соответствующих межплоскостных расстояний. Однако полностью эти расстояния еще не восстановились. Однородные микронапряжения целиком снялись только после нагрева в течение 2 ч.

Релаксация напряжений в одних напряженных кристаллитах вызывает перераспределение напряжений в соседних зернах и приводит в ряде случаев к некоторому изменению их ориентировки. Об этом говорит часто наблюдающееся исчезновение некоторых из рефлексов после нагрева, представляющее собой следствие изменения ориентировки.

Изменение скорости деформации сказывается и на характере структурных изменений, происходящих при нагреве.

В образцах нихрома, деформированных с большей скоростью на докритическую степень, полигонизация существенно

уменьшила максимальные углы разориентировки. Интервал углов β изменился от 27...79 до 22...51 градуса. В образцах, осаженных с малой скоростью, этот интервал углов практически не изменился по сравнению с деформированным состоянием.

Вместе с тем полигонизация, как и следовало ожидать, вызывает интенсивное сужение рефлексов в радиальном направлении. Перераспределение дислокаций с образованием стенок, перпендикулярных плоскостям скольжения, должно слабее сказаться на суммарной разориентировке зерен и существенно уменьшить неоднородность межплоскостных расстояний, которая является причиной радиального размытия рентгеновских отражений.

Нагрев образцов, осаженных на закритическую степень деформации, приводит к образованию новых зерен механизмом первичной рекристаллизации. Эти зерна имеют существенно более совершенную структуру. Углы разориентировки новых зерен лежат в интервале 15...30 мин (см. табл. 7.2) и не зависят от скорости предшествовавшей деформации.

При нагреве после докритической деформации параллельно с полигонизацией происходит незначительное фронтальное перемещение отдельных границ. Примеры такого перемещения показаны на рис. 7.9, а. Основной движущей силой этого перемещения, по-видимому, является стремление к уменьшению зернограницной энергии и установлению более равновесных стыков, как и при собирательной рекристаллизации. Основная часть перемещающихся границ (например, в случае

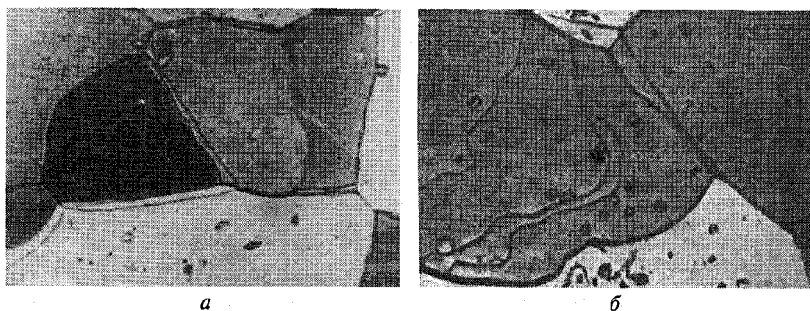


Рис. 7.9. Миграция границ исходных зерен алюминия при нагреве после $\epsilon < \epsilon_{кр}$. Поляризованный свет. Видны последовательные положения границ: а — миграция, стимулируемая неувновешенностью зернограницного натяжения; б — миграция, стимулируемая разностью объемных энергий в локальных приграничных участках зерен ($\times 400$)

алюминия 94 из 100 наблюдавшихся перемещений) движется в направлении к центрам их кривизны. Граница движется, как правило, всем фронтом. Скорости движения отдельных участков границы различаются мало, что свидетельствует о малом структурном и энергетическом различии приграничных объемов смежных зерен вдоль их границ.

Наряду с основным механизмом в небольшом числе случаев зарегистрирован иной характер перемещения границ, аналогичный наблюдавшемуся Беком и Сперри. На рис. 7.9, б в качестве примера приведены различные положения верхней границы зерна А после отжигов разной длительности. Перемещение границы имеет ряд особенностей.

1. Граница движется в направлении от центра кривизны (показано стрелкой).

2. Движение на разных участках границы крайне неравномерно. Граница, которая была относительно прямой до перемещения, становится крайне извилистой («зубчатой»), что сопровождается приростом зернограничной энергии.

3. Расстояния, на которые перемещаются границы, и скорость перемещения в 5–6 раз больше, чем в случае, когда граница движется к центру кривизны под воздействием уменьшения зернограничной энергии.

4. Скорость движения резко неравномерна во времени. Из расстояний, на которые переместилась граница зерна А, в направлении, указанном стрелой, последовательно от снимка к снимку можно оценить среднюю минимальную скорость в разные промежутки времени (снимки получены после нагревов разной продолжительности). Эта скорость оказалась не меньшей, чем $4 \cdot 10^{-5}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-5}$ и $5 \cdot 10^{-6}$ см/с.

Такой неравномерный характер перемещения границы можно объяснить влиянием локального различия в объемной упругой энергии смежных зерен и их микрообъемов (различием в плотности дислокаций), а также непрерывно идущим при нагреве перераспределением этой энергии.

Таким образом, и при $\epsilon < \epsilon_{кр}$ в отдельных участках, число которых невелико, фронтальное перемещение границы может быть обусловлено влиянием градиента объемной упругой энергии. Характер и скорость перемещения при этом резко отличаются от значительно чаще встречающихся случаев, стимулируемых уменьшением зернограничной энергии.

Формирование структуры при нагреве после $\varepsilon = \varepsilon_{кр}$ резко отличается от описанного выше. Можно отметить следующие особенности.

Бурному росту зерен предшествует инкубационный период, продолжительность которого зависит от температуры. Границы движутся и к центрам кривизны и от этих центров.

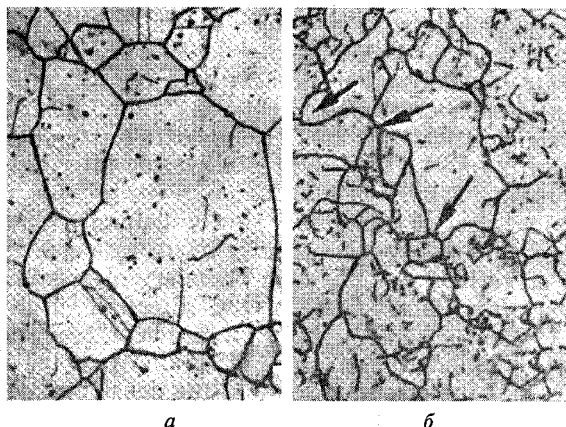
Как правило, в первом случае граница равномерно перемещается почти параллельно самой себе, во втором — скорость перемещения на разных участках границ неодинакова. Последний случай, вызванный различием в локальной объемной энергии смежных зерен, встречается чаще.

При рекристаллизации после критической деформации с малой скоростью средняя величина зерна оказывается меньшей, чем при рекристаллизации быстро деформированных образцов (рис. 7.10).

В результате при рекристаллизации медленно деформированных образцов наблюдается резкая неравномерность в скорости и направлении перемещения разных участков границы растущего зерна. В итоге образуются резко выступающие мысы («языки»), которые чаще направлены в сторону «поедаемых» зерен (см. стрелки на рис. 7.10, б).

При рекристаллизации после быстрой деформации граница движется более ровным фронтом, перемещаясь с одинаковой скоростью на больших участках через смежные соседние зерна (см. рис. 7.10, а), почти не искривляясь при переходе от зерна к зерну.

Рис. 7.10. Влияние скорости деформации ($\varepsilon_{кр}$) на величину и форму зерен, образовавшихся после рекристаллизационного отжига. Сплав Ni + 13 % Cr. Деформация на копре (а) и прессе (б)



а

б

Это хорошо согласуется с тем, что деформация, осуществляемая с большой скоростью, создает значительный градиент напряжений между отдельными соседними зернами или группой зерен и малый градиент в пределах зерна.

Скорость миграции в период бурного роста велика и составляет примерно $10^{-2} \dots 10^{-3}$ см/с.

Для роста зерен перемещением границ характерна прерывистость и неравномерность во времени и по направлениям. При нагреве после $\epsilon < \epsilon_{кр}$ такая неравномерность встречалась редко, пути перемещения малы. При нагреве после $\epsilon_{кр}$ скачкообразность миграции границ становится массовым явлением.

Перемещение границ приостанавливается после того, как крупные, бурно выросшие зерна приходят во взаимное соприкосновение. Дальнейший изотермический нагрев приводит к собирательной рекристаллизации. Начинается процесс выравнивания новых границ, стимулированный стремлением к уменьшению зернограницной энергии. Границы перемещаются к центрам кривизны и выпрямляются, скорость миграции границ уменьшается примерно на два порядка и становится равной $10^{-4} \dots 10^{-5}$ см/с.

Типичный пример выпрямления границ новых зерен и уменьшения их протяженности показан на рис. 7.11.

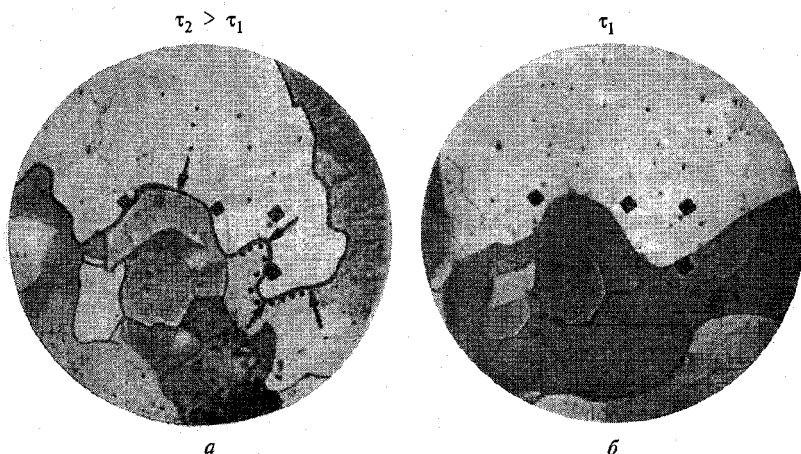


Рис. 7.11. Выпрямление границ крупных зерен (выросших при рекристаллизации после $\epsilon_{кр}$), стимулированное стремлением к уменьшению зернограницной энергии (железо, $\times 200$)

На рис. 7.11, *а* верхнее зерно поглотило часть нижнего зерна, а на рис. 7.11, *б* само оказалось поглощенным нижним зерном под влиянием стремления к выравниванию границы (уменьшения зернограницной энергии).

Возникновение зародышей идет с инкубационным периодом, в среднем большим, чем инкубационный период роста исходных зерен, и уменьшающимся с увеличением степени деформации. Все возникшие зародыши расположены на стыках исходных зерен, т.е. в местах максимальных искажений кристаллической решетки (рис. 7.12).

Число зародышей резко растет по мере увеличения ϵ . По ориентировке они заметно отличаются от окружающих деформированных зерен.

Таким образом, все имеющиеся данные свидетельствуют о том, что определяющим условием на начальных стадиях рекристаллизации после $\epsilon_{кр}$ является неоднородный характер деформации микрообъемов.

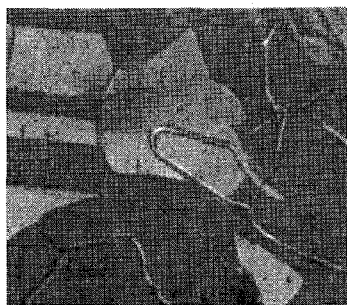
Общая плотность дислокаций, возникающих при докритической деформации, и градиент этой плотности малы. Дислокации слабо связаны в сетки и при нагреве легко перераспределяются с образованием малоугловых границ и частично аннигилируют. Различие (градиент) в энергетическом состоянии разных



а



б



в

Рис. 7.12. Образование и рост центров рекристаллизации при нагреве после закритической деформации ($\epsilon > \epsilon_{кр}$). Сплав Ni + 13 % Cr. Эмиссионная микроскопия ($\times 200$):

а — после деформации; *б, в* — после нагрева при 1050 °C в течение 15 и 45 с

зерен небольшое и до нагрева, после нагрева дополнительно уменьшается.

С увеличением степени деформации до критической возрастают средняя плотность дислокаций и число действующих систем скольжения, особенно в участках, примыкающих к границам зерен.

Миграция границы может ускоряться также тем, что она будет притягиваться малоподвижными винтовыми дислокациями. Как отмечает Мак Лин [7], сила притяжения границы винтовой дислокацией может быть очень большой, примерно в 100 раз большей, чем сила зернограницного натяжения. Повышенное количество вакансий в том же, более деформированном зерне будет дополнительно облегчать миграцию границы. Такая миграция, нарушая установившееся до деформации равновесие зернограницного натяжения в некоторых стыках, должна вызвать перестройку всей системы границ и стыков.

Как отмечалось выше, при большой скорости деформации объемы, в которых уравниваются однородные микронапряжения, имеют размер одного или нескольких кристаллитов, тогда как при малой скорости эти объемы значительно меньше. Это может быть причиной различия в характере миграции границ и структуры, возникающей при нагреве после деформации с разными скоростями.

Исходя из рассмотренного механизма, можно объяснить сдвиг $\varepsilon_{кр}$ к более высоким степеням деформации при введении в металлы малых добавок. Последние, взаимодействуя с границами исходных зерен, тормозят их миграцию и требуют большей движущей силы для начала миграции. Взаимодействие примесей с дислокациями тормозит формирование зародышей рекристаллизации.

Протекание полигонизации перед рекристаллизацией должно затруднять критическую рекристаллизацию, уменьшая неоднородность распределения дислокаций.

Кроме того, дальное действие упругих полей дислокационных скоплений после полигонизации уменьшается и способность дислокаций оттягивать на себя границы зерен становится слабой. Полигонизация играет таким образом роль стабилизатора структуры.

Полигонизация несколько увеличивает $\varepsilon_{кр}$ (рис. 7.13) и значительно уменьшает $D_{кр}$, но при условии, что температура на-

грева достаточно высока. Например, предварительный нагрев при 300 °С деформированного алюминия перед рекристаллизационным отжигом практически не повлиял на вид зависимости $\bar{D} = f(\epsilon)$ (рис. 7.13, кривая 2). Повышение температуры до 400 °С (рис. 7.13, кривая 4) дало ожидаемый результат: $\epsilon_{кр}$ увеличилась, а максимальная величина зерна резко уменьшилась. Рентгеновский анализ показал, что в результате нагрева при 400 °С в течение 30 мин в алюминии прошла полигонизация, тогда как после нагрева при 300 °С следов полигонизации обнаружено не было.

Таким образом, при правильно выбранном режиме полигонизации пик на кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$ почти полностью исчезает. Полученный результат представляет практический интерес. Очевидно, что в тех случаях, когда крупное зерно нежелательно, а малые степени деформации технологически неизбежны, целесообразно применение предварительной полигонизации.

Поскольку для начала рекристаллизации по механизму, характерному для $\epsilon_{кр}$, необходима неоднородность искажений смежных зерен, то все факторы, влияющие на эту неоднородность (скорость и температура деформации, размер исходного зерна и др.), должны сказываться на значениях $\epsilon_{кр}$. Чем больше неоднородность, тем меньше $\epsilon_{кр}$. Чем выше температура рекристаллизационного отжига, тем меньшая степень неоднородности достаточна для начала критической рекристаллизации. Данные о влиянии различных факторов на положение $\epsilon_{кр}$ хорошо согласуются с этим.

Следовательно, совокупность приведенных данных однозначно дает основание рассматривать кривую зависимости ве-

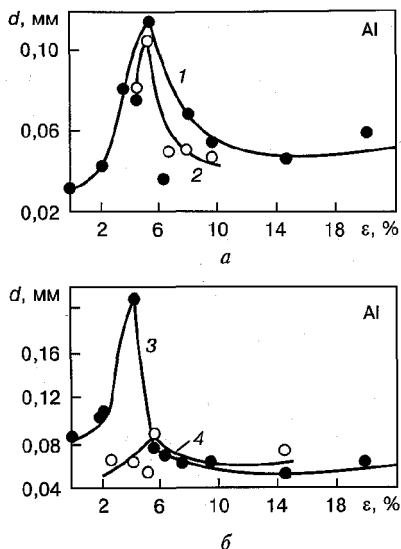


Рис. 7.13. Влияние полигонизации на вид кривых $\bar{D} = f(\epsilon)$ и положение $\epsilon_{кр}$ в алюминии. Нагрев при разных температурах ($\tau = 30$ мин): 1 — 500 °С; 2 — 300 + 900 °С; 3 — 550 °С; 4 — 400 + 550 °С

личины зерна после критической степени деформации и последующей рекристаллизации как суммарную кривую, полученную от наложения двух кривых, соответствующих двум различным процессам: процессу, обусловленному ростом некоторых исходных зерен, и процессу, обусловленному образованием и ростом зародышей рекристаллизации.

Еще одним прямым экспериментальным подтверждением этого являются результаты, полученные на сплаве ХН77ТЮР [8]. В исследованиях исходили из следующего: если справедливо предположение о наложении нескольких максимумов, то в условиях деформации, когда градиент степеней деформации в образце $d\epsilon/dx$, где x — расстояние вдоль образца, окажется очень небольшим, возможно, удастся сместить относительное положение разных максимумов друг относительно друга, и тогда вместо одного суммарного максимума в области малых (критических) степеней деформации удастся отдельно обнаружить каждый из истинных максимумов.

Экспериментально это удалось подтвердить, используя в качестве схемы деформации растяжение конусных образцов с небольшим углом в основании конуса. Вследствие этого, а также того, что весь образец претерпевает небольшую общую деформацию, область малых степеней деформации оказывается растянутой по длине образца, а градиент степени деформации вдоль образца $d\epsilon/dx$ — небольшим по величине.

На рис. 7.14 приведена микроструктура таких образцов после растяжения и рекристаллизационных отжигов. Стрелками показаны два максимума величины зерна в области малых степеней деформации, которые смещены друг относительно друга (наиболее отчетливо это видно на образце, нагретом на 1200 °С). При температуре ниже 1200 °С (1150 °С и 1100 °С) первый максимум заметно смещается к более высоким степеням деформации, а размер крупных зерен уменьшается. При нагреве на 1150 °С (и 1100 °С) второй максимум уже не образуется, а первый максимум исчезает при нагреве на 1000 °С. Эти факты можно объяснить исходя из того, что процесс образования истинных зародышей рекристаллизации связан с большей энергией активации, чем роста исходных менее деформированных зерен за счет более деформированных.

Таким образом, при нагреве после небольших деформаций есть два разных механизма укрупнения зерен, а значит и раз-

ные структурные состояния на стадии деформации. На рис. 7.15 схематически показано образование первого и второго максимумов и их изменение в процессе дальнейшего нагрева. Первый максимум определяется ростом исходных менее деформированных зерен за счет более деформированных, т. е. градиентом плотности дислокаций в смежных зернах.

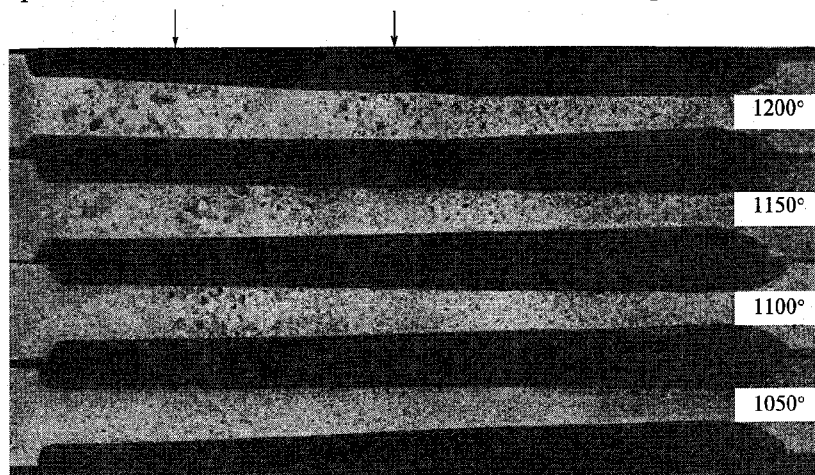


Рис. 7.14. Микроструктура конуса образцов никелевого сплава после растяжения с малым градиентом степеней деформации в интервале $\epsilon > \epsilon_{кр}$ при разных температурах, подтверждающая наличие двух максимумов величины зерна

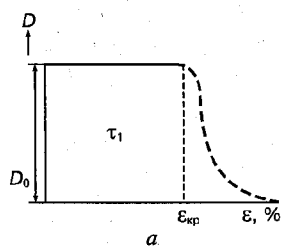
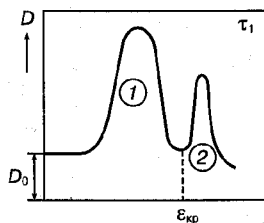
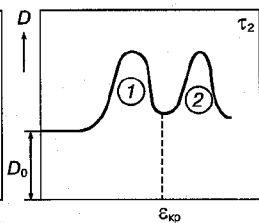


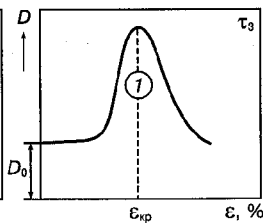
Рис. 7.15. Распределение зерен при нагреве металла, деформированного на степень деформации в интервале $\epsilon_{кр}$: а — монокристалл (сплошные линии — контуры кристалла до деформации, пунктирные линии — распределение зерен по размерам после $\epsilon_{кр}$ и последующего нагрева); б, в, г — поликристалл (после нагрева разной продолжительности $\tau_3 > \tau_2 > \tau_1$)



б



в



г

С дальнейшим увеличением степени деформации и переходом к $\epsilon > \epsilon_{кр}$ создаются условия для образования истинных зародышей рекристаллизации. Эти рассуждения не учитывают роли взаимодействия зерен, возникших по разным механизмам. В реальных условиях истинные зародыши будут расти и за счет менее совершенных зерен, образовавшихся при $\epsilon < \epsilon_{кр}$. В результате размер зерен первого максимума уменьшится. Нисходящая ветвь будет определяться вторым максимумом. Поэтому, если нагрев после $\epsilon < \epsilon_{кр}$ будет кратковременным, то возникшие крупные зерна будут «поедаться» истинными зародышами второго максимума и станут менее термостабильны. Этот практически важный вывод необходимо учитывать.

Меняя условия деформации и нагрева, можно по-разному менять форму и положение каждой из кривых 1 и 2 (рис. 7.15, б, в), а следовательно, и суммарной кривой (рис. 7.15, г).

Понижение температуры нагрева слабее тормозит рост исходных зерен. Максимум величины зерна, связанный с этим процессом, отчетливо виден при трех температурах нагрева. В то же время максимум, связанный с образованием и ростом малого числа истинных зародышей рекристаллизации, хорошо виден только после нагрева на 1200 °С.

Применяя отжиги большой продолжительности, можно обеспечить условия, при которых эти зародыши, позднее возникнув, будут расти за счет ранее укрупнившихся исходных зерен. Сказанное позволяет объяснить и лучше понять механизм и условия протекания некоторых процессов, в частности процесса выращивания монокристаллов по методу *деформация — отжиг*.

Рассмотренный механизм рекристаллизации после $\epsilon_{кр}$ относился к металлам и однофазным сплавам. Если же на рекристаллизацию после $\epsilon_{кр}$ накладываются процессы фазовых превращений, в частности выделение и растворение частиц дисперсных фаз, то это вносит дополнительные особенности, существенно сказывающиеся на формировании микроструктуры матрицы (см. гл. 9).

Эти особенности можно проиллюстрировать, сравнивая диаграммы рекристаллизации для двух хромоникелевых низкоуглеродистых (0,05...0,06 %) аустенитных сталей X18H14M2 и X18H14M2B1.

В стали X18H14M2 дисперсная фаза представляет собой карбид типа $Cr_{23}C_6$, который практически полностью растворяется в интервале 1000...1050 °С. В стали X18H14M2B1, содержащей дополнительно 1 % Nb, дисперсные фазы представляют собой карбид ниобия NbC и интерметаллид Fe_2Nb . Обе фазы стабильнее, чем карбид хрома. Частицы Fe_2Nb начинают интенсивно растворяться выше 1200 °С, частицы NbC — примерно с 1250...1300 °С.

В стали X18H14M2 средний размер зерна $\bar{D}$ монотонно растет с повышением температуры нагрева от 1050 до 1250 °С, увеличиваясь почти вдвое, а $\bar{D}$ после деформации на 5...6 % превышает $\bar{D}$ после деформации на 50 % не более чем в два-три раза.

В стареющей стали X18H14M2B1 до 1150 °С зерно практически не растет и после деформации всех степеней (в том числе после критической) остается много меньшим, чем в стали без ниобия. Однако после нагрева до 1250 °С, сопровождающегося растворением частиц Fe_2Nb и NbC, зерно в стали с ниобием скачкообразно увеличивается (почти в 20 раз), больше, чем после критической деформации в стали без ниобия (по площади зерен примерно в 400 раз). В случае высоких степеней деформации линейные размеры зерна возрастают более чем в 4 раза.

Таким образом, важной особенностью рекристаллизации после $\epsilon_{кр}$ в случае, когда она сопровождается растворением дисперсных частиц, является то, что размер образующихся при этом зерен очень велик, а само укрупнение совершается скачкообразно и только при температурах не ниже температуры начала растворения дисперсных частиц и при небольшой скорости растворения.

Второй особенностью является то, что максимум на кривой $\bar{D} = f(\epsilon)$ в сплавах с растворяющимися дисперсными частицами расположен при более высоких степенях деформации, чем в стали без этих частиц. С повышением температуры отжига этот максимум смещается не к меньшим степеням деформации, как обычно, а наоборот, к более высоким, достигающим в отдельных случаях 10...15 % и более. Ясно, что после таких степеней деформации рекристаллизация реализуется только ростом небольшого числа новых центров рекристаллизации.

Эта еще мало изученная особенность укрупнения структуры сплавов, содержащих дисперсные частицы, при нагреве после средних степеней деформации (20–30 %) играет важную роль в образовании разнотернистых и огрубленных структур (см. гл. 9).

Библиографический список к главе 7

1. Раузин Я.Р. // Митом. 1959. — № 9. — С. 23–29.
2. Горелик С.С. // Митом. 1961. — № 3. — С. 12–16.
3. Равич И.Г., Розенберг В.М., Петухова Т.В. // Митом. 1973. — № 3. — С. 30–32.
4. Burke J.E., Shiao V.J. // Trans. AJME. 1948. — V. 175. — P. 141–149.
5. Горелик С.С., Спектор Э.Н. // ФММ. 1963. — Т. 16, вып. 6. — С. 856–861.
6. Горелик С.С., Граник Г.И. // ФММ. 1959. — Т. 7, вып. 3. — С. 424–431.
7. Мак Лин Д. Границы зерен в металлах. — М.: Металлургия, 1960. — 322 с.
8. Горелик С.С., Коковьякина С.А. и др. // ФММ. 1967. — Т. 24, вып. 1. — С. 761–763.

Глава 8

ТЕКСТУРЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ (ТР)

8.1. Практические значения ТР, методы их описания

В результате нагрева деформированного материала с текстурой деформации, как правило, возникает текстура рекристаллизации (ТР), которая в зависимости от факторов, рассматриваемых ниже, или идентична текстуре деформации, или отличается от нее. Практическое значение ТР определяется вызываемой ими анизотропией физических и механических свойств. В одних случаях ТР играют положительную роль, в других — отрицательную.

Характерным примером положительной роли ТР является ребровая текстура $\{110\} \langle 001 \rangle$ в трансформаторной кремний-содержащей стали. Она резко снижает потери на вихревые токи.

Примером негативного влияния ТР является текстура $\{001\} \langle 110 \rangle$ в листовой стали для глубокой вытяжки. Она вызывает анизотропию пластичности и образование при вытяжке изделий в виде стаканов с неровными волнистыми краями (так называемых фестонов) и потерю металла при их удалении.

При определенных условиях, если текстура состоит из нескольких компонент с разной степенью рассеяния, в ходе эксплуатации особенно при повышенных температурах, возможно изменение рассеяния каких-либо компонент и даже исчезновение какой-то компоненты и появление новой (см. ниже). Материалы с однокомпонентной текстурой деформации, как правило, обладают более высокой температурой рекристаллизации по сравнению с материалом того же состава, но состоящими из нескольких текстурных компонент. Наличие текстуры сказывается на деформируемости материала и многих других технологических свойствах. Это подчеркивает важное практическое и научное значение изучения механизма и закономерностей образования ТР.

Основным методом описания ТР, как и текстур деформации, является построение полюсных фигур* [1]. Их недостатком является то, что они дают усредненную картину текстуры по относительно большой площади (объему) образца и не отражают ориентировки в очень малых локальных участках. Роль этого недостатка стала особенно очевидной в последние десятилетия, когда выяснилось, что ориентировки очень малых по площади участков в локальных объемах, в частности вблизи границ зерен, в переходных полосах деформированных поликристаллов и др., оказываются часто ответственными за появление при отжигах деформированных металлов новых зерен, определяющих ТР с ориентировками, которые при обычных методах построения полюсных фигур не улавливались и потому не обнаруживались в деформированном состоянии.

Положение улучшилось с развитием экспериментальных методов изучения структуры во все более локальных объемах. Электронная микроскопия высокого разрешения, синхротронное рентгеновское излучение большой мощности, позволяющее использовать тонкие пучки такого излучения для изучения ориентировки локальных объемов материала.

Установлению закономерностей образования ТР мешала также низкая и в большинстве случаев неконтролируемая чистота материала. Теперь известно и далее будет показано, что малые примеси могут существенно влиять на ТР, в частности на образование текстуры куба в ряде металлов и сплавов с г.ц.к. решеткой (Cu, Ni, Au, Ag) при содержании примесей $< (5...10) \cdot 10^{-3} \% \text{ (ат.)}$. Чувствительность текстуры куба к малым добавкам видна из следующего примера. Введение в Cu 0,2 % Al благоприятствует образованию текстуры куба, а введение в Cu 0,0025 % (ат.) фосфора ее подавляет. Нестабильность и противоречивость результатов ранних исследований во многом связаны с отмеченной низкой чувствительностью методов.

На характере ТР сказывается и предыстория образца (размер зерна, текстура до деформации и др.) в разных участках, наличие и степень дисперсности вторых фаз, способ получения текстуры деформации, условия последующего нагрева.

Еще одним важным, но в большинстве случаев не учитываемым до последнего времени фактором, является то, что,

* Новым, более информативным, но более сложным по построению и трактовке является метод ФРО (см. гл. 2).

как правило, каждая текстурная компонента характерна своей субструктурой (размером субзерен, плотностью и характером распределения дислокаций, поверхностной энергией и др.). Важной особенностью ТР является еще то, что в ходе длительных отжигов в ряде случаев ТР, возникшая в начале отжига, далее сменяется другой текстурой.

Таким образом на тип ТР влияет значительно большее число факторов, чем на тип текстуры деформации. Поскольку формирование ТР связано с самопроизвольными процессами структурных изменений при нагреве, их тип определяется стремлением к уменьшению свободной энергии системы. Выигрыш в этой энергии и движущая сила процесса зависят, как следует из сказанного выше, от большого числа факторов. Поэтому неоднократная смена ТР в ходе длительных отжигов может быть связана с тем, что в ходе этих отжигов последовательно реализуются факторы со все большей энергией активации.

8.2. Основные теории формирования ТР

На начальной стадии изучения закономерностей образования ТР возникли две теории их формирования. *Теория ориентированного зарождения (ТР)* и *теория ориентированного роста зародышей*. Первая теория сводится к тому, что зародыши первичной рекристаллизации обладают определенной ориентировкой, кристаллографически закономерно связанной с текстурой деформации. Рост этих ориентированных зародышей за счет деформированной матрицы и создает ТР.

Наиболее последовательно эта теория была развита Бюргерсом в 1953 г.

Отчетливо *ориентированное зарождение* проявляется в следующих случаях.

1. *Кратковременный отжиг материала, деформированного на высокую степень в условиях скоростного нагрева* (например, индукционного) на температуру, несколько превышающую t_p^n для обычных скоростей нагрева в печах. За небольшое время пребывания при высокой температуре успевают оформиться зародыши рекристаллизации из субзерен в участках с максимальной плотностью дислокаций и кривизной решетки, но не успевают развиваться сколько-нибудь заметно собирательная или

вторичная рекристаллизация. Кроме того, при определенных условиях можно, меняя температуру скоростного нагрева, затормозить зародышеобразование в максимально деформированных участках и дать возможность реализоваться зародышам с ориентировкой областей слабее деформированных.

Характерным примером этого является образование разных ТР в холоднокатаной низкоуглеродистой стали для глубокой вытяжки, легированной алюминием. Особенностью этой стали является старение с выделением частиц нитрида алюминия AlN в интервале температур $500\ldots 650^\circ\text{C}$. Особенно интенсивно этот распад идет при относительно низких температурах $\sim 500^\circ\text{C}$.

Текстура деформации прокаткой в этой стали содержит две компоненты: $\{111\} \langle uvw \rangle$ и $\{001\} \langle 110 \rangle$. Первая из них формируется, как правило, в объеме исходных зерен, вторая — у их границ.

При нагреве после деформации идут два основных процесса — распад с выделением частиц AlN и рекристаллизация.

При относительно невысоких температурах нагрева ($< 600^\circ\text{C}$) распад опережает рекристаллизацию зародышей с ориентировкой $\{001\} \langle 110 \rangle$. При этом создаются условия для роста зародышей $\{111\} \langle uvw \rangle$, благоприятных для глубокой вытяжки.

При нагреве на температуру $\sim 650\ldots 700^\circ\text{C}$ рекристаллизация опережает распад, который сопровождается коагуляцией частиц AlN , т. е. их блокирующее действие ослабевает. Тогда создаются условия для роста центров с ориентировкой $\{001\} \langle 110 \rangle$, неблагоприятных для глубокой вытяжки.

Таким образом, условием получения текстуры, благоприятной для глубокой вытяжки, является медленный нагрев до температуры $500\ldots 600^\circ\text{C}$. Если это условие не будет соблюдено, рост центров $\{001\} \langle 110 \rangle$ опередит рост центров $\{110\} \langle uvw \rangle$ [1].

Ясно, что если легирующей примесью будет другой элемент, и старение будет происходить с выделением другой фазы в определенном температурном интервале, режим термообработки должен быть иным.

Следует также упомянуть и об особом механизме, предложенном в свое время Бюргерсом. По этому механизму могут возникать зародыши, имеющие ориентировку, какой вообще могло и не быть в деформированной матрице.

В качестве единственной конкретной модели такого механизма Бюргерс и Вербрак в 1957 г. предложили модель происхождения кубической текстуры первичной рекристаллизации в прокатанной меди. Эта текстура может образоваться, по мнению авторов, сдвиговым механизмом, обратным механизму, известному в литературе как «преобразование Роуланда». Это преобразование заключается в следующем: куб сжимается вдоль одной из осей, например вдоль направления AC (рис. 8.1). При этом одна из плоскостей куба, содержащая ось AC $[100]$, остается неподвижной. Фиксированной остается вся заштрихованная плоскость ACE (рис. 8.1, а). Две другие оси $[010]$ и $[001]$ куба удлиняются, в результате образуются два тетраэдра, принадлежащих двум кубическим решеткам и находящихся один относительно другого в двойниковом положении. Направления $\langle 100 \rangle$ исходной решетки превращаются теперь в направления $[100]$, $[111]$ и $[112]$ двух новых решеток (рис. 8.1, б). Плоскостью двойникового становится плоскость (111) .

Такие двойниковые конфигурации могут возникать, в частности, в деформированных протяжкой металлах с г.ц.к. решеткой, содержащих аксиальные текстуры $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$.

Указанные области с двойниковой конфигурацией играют роль преимущественных зародышей кубической текстуры рекристаллизации.

П.Д. Избранов, В.А. Павлов и Н.М. Родигин [2] качественно изучали текстуру рекристаллизации в трансформаторной стали 3,54 % (масс.) Si в зависимости от продолжительности отжига при больших скоростях нагрева ($1000 \dots 1100^\circ\text{C}/\text{с}$). На первой стадии рекристаллизации текстура оказалась такой же, как и текстура деформации, даже еще более четкой. В ходе дальнейшей изотермической выдержки эта текстура почти полностью исчезла, затем снова появилась, и стала усиливаться новая ориентировка, отличная от деформационной.

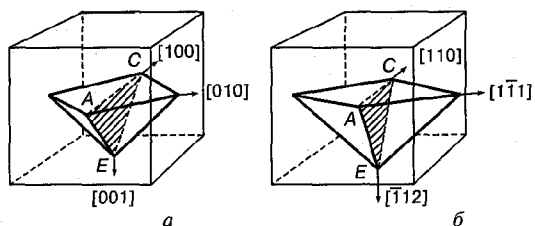


Рис. 8.1. Схема преобразования Роуланда

Аналогичный результат получила Ц.Н. Рафалович [3] при нагреве с разными скоростями деформированной стали 10.

Д.И. Лайнер и А.И. Крупникова-Перлина [4] изучали текстуры в меди и мельхиоре 80/30 с разными добавками после сильной деформации прокаткой (96 %) и последующих отжигов разной продолжительности при 400 и 600 °С.

На начальных стадиях первичной рекристаллизации наблюдались текстура деформации и слабые дополнительные ориентировки, которых не было в деформированном состоянии. С дальнейшим увеличением продолжительности отжига и развитием собирательной и (или) вторичной рекристаллизации единственной ориентировкой после отжигов в течение 1 ч остается текстура куба.

2. *Нагрев с обычной скоростью на относительно невысокие температуры, при которых успевает совершиться первичная рекристаллизация из большого числа центров и практически не развивается собирательная.* В подтверждение можно привести следующие примеры.

По данным Шмида, Вассермана и др., в холоднотянутой алюминиевой проволоке (99,95 % Al) аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ сохранилась после отжига при 500 °С и сменилась текстурой $\langle 112 \rangle$ после отжига при 600 °С.

Сплав Fe + 3 % Si отжигали при 650 и 925 °С. В первом случае текстура рекристаллизации оказалась идентичной текстуре деформации, а во втором — отличной от нее.

Чем больше степень деформации и острее текстура, тем четче последняя повторяется в текстуре рекристаллизации при низкотемпературном отжиге.

3. *Рекристаллизация миграцией локальных участков (выступов) большеугловых границ исходных зерен.*

При холодной деформации миграция образованием выступов (язычков) наблюдается при относительно небольших степенях деформации. При горячей деформации этот диапазон расширяется до средних и более высоких степеней, когда формируется достаточно четкая текстура.

В работе [5], используя рентгеновские и металлографические методы, изучали изменение ориентационных соотношений при рекристаллизационном отжиге горячепрессованного и прокатанного алюминия. Деформированные образцы отжигали, не снимая их с текстурной приставки к дифрактометру.

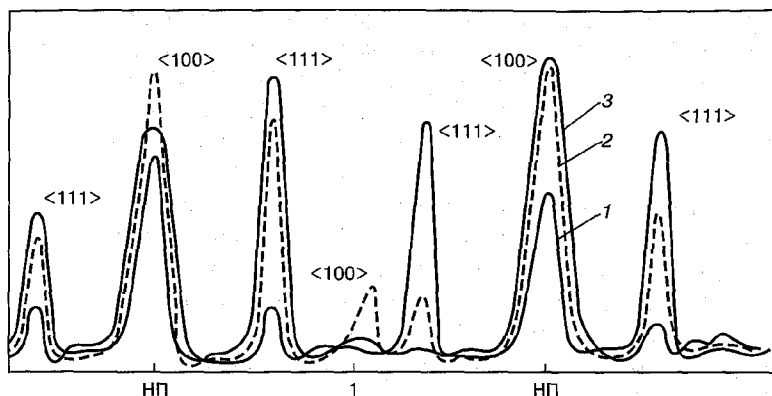


Рис. 8.2. Сечения полюсных фигур для плоскостей $\{100\}$ прессованного алюминия после прессования (1) и отжига при 300°C в течение 45 (2) и 90 (3) мин, $\alpha = 90^\circ$

На рис. 8.2 приведены сечения полюсных фигур для плоскостей $\{100\}$ после отжига разной продолжительности. Заметные изменения отмечаются после 90 мин отжига, но и в этом случае текстура качественно повторяется. Изменение связано с ростом объемов с ориентировкой $\langle 100 \rangle$ за счет объемов $\langle 111 \rangle$. Интересным оказался параллельный металлографический анализ с использованием поляризованного и косого света и анализа фигур травления.

Видно, что рекристаллизация в этих условиях идет миграцией выступов исходных зерен. При этом соседствуют зерна, принадлежащие к компонентам $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ (рис. 8.3); видно, что превалирует выступ зерна $\{100\}$, плотность дислокаций в котором меньше, чем в $\langle 111 \rangle$.

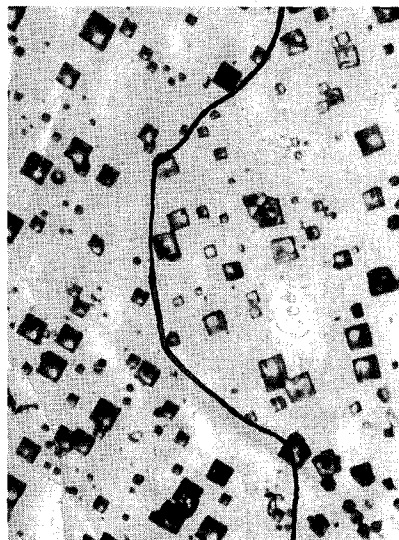


Рис. 8.3. Рекристаллизация при отжиге прессованного алюминия, идущая миграцией выступов исходных зерен ($\times 320$)

Уменьшение объема с ориентировкой $\langle 111 \rangle$ является следствием того, что рост объемов $\langle 100 \rangle$ за счет $\langle 111 \rangle$ опережает рост $\langle 111 \rangle$ за счет $\langle 100 \rangle$.

Это связано с различием в движущей силе миграции, связанной с разницей в плотности дислокаций по разные стороны от границы. Плотность дислокаций в зернах $\langle 111 \rangle$ оказалась большей, чем в зернах $\langle 100 \rangle$.

Замеры, выполненные Т.Б. Сагаловой [5], показали, что в исследованных прессованных прутках непосредственно после деформации субзерна в компоненте $\langle 100 \rangle$ оказались примерно в 2,5 раза крупнее, чем в компоненте $\langle 111 \rangle$ (3 и 1,3 мкм соответственно).

Вопрос о различиях в наклепе и субструктуре разных текстурных компонент изучен еще мало, но сам факт этого различия теперь не вызывает сомнений. Кроме отмеченного выше, подтверждением его являются следующие факты [6]. Было установлено, что в листах молибдена, прокатанного на высокую степень, из двух основных текстурных компонент (001) [001] и (111) [112] первая была наклепана слабее, чем вторая.

И.Д. Зайдман установил, что в холоднокатаном трансформаторном железе кристаллиты (001) [110] и (112) [110] менее наклепаны, при нагреве сами не рекристаллизуются (искажения снимаются полигонизацией), но благодаря меньшей плотности дефектов растут путем образования и миграции выступов за счет зерен других ориентировок.

Ясно, что чем слабее выражено различие в наклепе разных текстурных компонент, тем четче текстура рекристаллизации должна повторять текстуру деформации.

Теперь можно считать установленным, что при всех способах получения текстур, в том числе и недеформационных, различные текстурные компоненты в силу разного механизма формирования структуры обладают разной субструктурой.

4. *Собирательная полигонизация.* Если текстура деформации содержит одну компоненту, то последующий отжиг ограничивается возникновением и ростом субзерен до значительных размеров (порядка микронных) без образования большеугловых границ, а следовательно, без существенного изменения ориентировки. Это отчетливо проявляется на монокристаллах, ориентировка которых при деформации благоприятна для легкого

скольжения, например: (001) [110] — для о.ц.к. металлов, (110) [112] для г.ц.к., (0001) [1120] для г.к. металлов и т.д.

5. *Возврат и начальные стадии рекристаллизации в условиях параллельно протекающего распада пересыщенных твердых растворов.* В этом случае рост субзерен и зародышей рекристаллизации и связанное с этим «поедание» зерен одной ориентировки быстрее растущими зернами другой ориентировки становится невозможным из-за барьерного действия частиц.

Одним из примеров действия этого механизма могут служить данные [7], показанные на листовой низкоуглеродистой стали с добавками ниобия (0,126 % Nb; 0,015 % C). Листы после холодной прокатки на 40–90 % отжигали 10 ч при 800 °C. Текстура рекристаллизации оказалась подобной текстуре прокатки с основной составляющей типа {111}. Развитие составляющей {110} <001> тормозилось выделениями, содержащими ниобий и имеющими размер ~ 150 Å. В стали с меньшим количеством ниобия и углерода (0,039 % Nb; 0,003 % C) такого эффекта не наблюдали.

Таким образом, большое количество частиц, их высокая дисперсность и устойчивость против коагуляции — условие сохранения текстуры деформации у стареющих сплавов. Вместе с тем выделения не должны быть когерентны с матрицей, в противном случае они будут выделяться на дислокациях, задерживать их перераспределение и формирование центров рекристаллизации, а не только их рост.

На практике возможны случаи, когда некоторые из рассмотренных случаев — скоростной кратковременный высокотемпературный нагрев, низкотемпературный нагрев, наложение распада на рекристаллизацию и др. — технологически неизбежны. Как следствие, неизбежным будет совпадение текстур деформации и рекристаллизации. Тогда оказывать влияние на текстуру рекристаллизации можно только путем воздействия на текстуру деформации изменением условий деформации.

В чистом виде основная роль *ориентированного роста* может быть проиллюстрирована следующим примером.

В пленках кремния, полученных осаждением из газовой фазы [8]. Непосредственно после осаждения пленка состоит из большого числа текстурных компонент. Одним из важных отличий является разная степень структурного совершенства у зерен с различной ориентировкой. Это различие, в свою оче-

редь, зависит от степени пересыщения газовой фазы, температуры осаждения и др. В большинстве случаев наиболее совершенной является текстурная компонента $\{001\}$.

При отжиге осажденных пленок идет процесс собирательной рекристаллизации — рост одних зерен за счет других. Основной движущей силой рекристаллизации является в этом случае градиент объемной энергии у зерен разных текстурных компонент. Скорость роста зерен с разной ориентировкой неодинакова, число текстурных компонент уменьшается. Превалирующими становятся зерна с наиболее совершенной субструктурой. Ими оказываются зерна с ориентацией $\{100\}$ (см. рис. 8.3).

Еще одним характерным примером преимущественного влияния ориентированного роста является образование кубической текстуры при рекристаллизации металлов и сплавов с г.ц.к. решеткой. Многими авторами [9] было показано, что в таких металлах основной текстурой деформации при прокатке является текстура типа меди: $\{110\} \langle 112 \rangle + \{112\} \langle 111 \rangle$.

Было установлено, что текстура куба образуется при отжиге только в тех случаях, когда текстура деформации содержит компоненту $\{112\} \langle 111 \rangle$. Чем больше степень деформации и чем меньше величина зерна перед последним обжатием при холодной прокатке, тем более четкой и острой получается кубическая текстура, формирующаяся при рекристаллизации. Но механизм этой трансформации изучен еще недостаточно.

Таблица 8.1. Влияние малых добавок на изменение текстуры меди (B_c) в процессе изотермической рекристаллизации

Состав, % (масс.)	$\tau_{отж}$ при 600 °C	Текстура рекристаллизации
Cu — 100 %	1 с 1 ч	$\{112\} \langle 111 \rangle + \{110\} \langle 11\bar{2} \rangle + (110) [11\bar{1}] +$ $+ (001) [100](000) [100]$
Cu + Si (0,24 %)	3 с 1 ч	$\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle + \{110\} \langle 11\bar{2} \rangle + \{130\} \langle 000 \rangle +$ $+ \{111\} \langle 112 \rangle + \{001\} \langle 110 \rangle$ $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle + \{001\} \langle 100 \rangle$
Cu + Sn (0,47 %)	10 с 1 ч	$\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle + \{110\} \langle 11\bar{2} \rangle + \{130\} \langle 001 \rangle +$ $+ \{001\} \langle 100 \rangle$ $\{110\} \langle 11\bar{2} \rangle + \{001\} \langle 110 \rangle + \{001\} \langle 100 \rangle$

Примечание. Холодная прокатка с обжатием 97 %; текстура деформации $(112) [11\bar{1}] + (110) [112]$.

В табл. 8.1 приведены данные о влиянии малых добавок элементов IV группы на изменение текстуры меди в процессе изотермической рекристаллизации после очень большой продолжительности отжига [10].

Наиболее вероятным является, видимо, механизм, предложенный Барретом и Беком с сотр. и основанный на идее ориентированного роста. По этому механизму из образующихся зародышей любой ориентировки наибольшей скоростью роста обладают те, которые благоприятно ориентированы относительно решетки матрицы. Для металлов и сплавов с г.ц.к. решеткой — это зародыши, решетка которых повернута на $\sim 40^\circ$ вокруг $\langle 111 \rangle$. Благоприятную ориентационную связь (общий полюс $\langle 111 \rangle$) имеет каждая пара из четырех компонент идеальной текстуры прокатки. Кубическая же текстура имеет благоприятную ориентировку по отношению ко всем четырем компонентам текстуры прокатки. Поэтому текстуре куба, как правило, сопутствует текстура прокатки, но превалирует текстура куба. При этом чем мельче исходное зерно, тем больше вероятность того, что растущее зерно кубической ориентировки будет контактировать со всеми четырьмя компонентами текстуры прокатки.

Развитые представления хорошо подтверждаются многими экспериментальными работами [9, 10]. Так, И.Г. Равич и В.М. Розенберг [9] показали, что в хромой бронзе можно резко уменьшить кубическую компоненту текстуры и брак по «фестонам», если перед последней прокаткой нагревать металл не ниже чем на $900 \dots 1000^\circ\text{C}$, чтобы получить крупное исходное зерно ($\geq 0,5$ мм).

Влияние температуры на ориентированный рост. Можно назвать несколько причин подобного влияния.

Пусть после первичной рекристаллизации наряду с острой основной текстурой присутствует малое число центров иной ориентировки. Энергия активации миграции центров с разной ориентировкой относительно матрицы различна. В таком случае при низкой температуре превалирует рост центров с меньшей энергией активации миграции, а при высоких температурах — с большой величиной Q . Интересен в этом смысле следующий пример [11]. В деформированной стали типа X18H9 формируется текстура типа меди, которая при нагреве на 1000°C ($\tau = 30$ мин) переходит в кубическую. При продолже-

нии отжига кубическая текстура частично переходит в (025) [100] в результате вращения вокруг [100]. Если же повысить температуру нагрева до 1200 °С, то наряду с текстурой (025) [100] образуется (123) путем вращения вокруг [111]. Это можно объяснить тем, что в кубической матрице энергия активации миграции центров (025) [100] меньше, чем центров (123) [412].

Сходный эффект может быть получен и в том случае, если рост центров сдерживается до определенного температурного уровня частицами дисперсных фаз, которые выше этого уровня растворяются и их барьерное действие снимается.

На практике известны также случаи, когда последовательная смена текстур при отжиге вызывается сменяющимися друг друга первичной, вторичной и третичной рекристаллизацией. Наиболее изучены подобные изменения текстуры в тонких листах (~ 0,3 мм) трансформаторной стали. Многокомпонентная текстура первичной рекристаллизации сменяется в ней в процессе вторичной рекристаллизации преимущественно ребровой текстурой, а последняя при отжиге (1100 °С) в условиях высокого вакуума ($5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст.) переходит в текстуру куба.

Текстура трансформаторной стали. В случае промышленной трансформаторной стали на стадии первичной рекристаллизации в текстуре появляется компонента (100) [001], практически отсутствующая в текстуре деформации. Эта компонента образуется из субзерен такой ориентировки, расположенных в средней части переходных полос.

Б.В. Молотиллов с сотр. [11] отметил следующий факт, свидетельствующий о роли ориентированного зарождения.

Поликристаллические образцы с исходной текстурой (110) [001] после деформации от 53 до 87 % имеют одинаковую текстуру: {111} <112>. При рекристаллизации этих образцов образуется текстура { h 10} <001>, в которой значение h меняется от 1 при деформации 53 % до 5 — при деформации 87 %.

8.3. Ослабление текстуры при рекристаллизации

Возможности ослабления текстуры деформации или предотвращения образования острых текстур рекристаллизации с помощью отжигов изучены слабо. Относительно более деталь-

но они исследованы применительно к условиям получения малотекстурованной электротехнической (динамной) стали. Вместе с тем предшествующее рассмотрение условий получения разного типа текстур позволяет указать некоторые способы ослабления текстур.

Введение в сплав значительного количества крупных частиц второй фазы (примерно $> 0,1$ мкм) с одновременным использованием высоких скоростей нагрева. При деформации (за счет локальной деформации вокруг частиц) в этом случае образуется многокомпонентная текстура [12]. При нагреве с высокой скоростью реализуется максимальное число центров, в том числе вблизи частиц вторых фаз, которые (центры) хаотично ориентированы.

Если частицы заметно отличаются от матрицы коэффициентом термического расширения, то дополнительно могут возникать случайно ориентированные центры вследствие фазового термического наклепа. В этом случае весьма эффективным должно быть термоциклирование.

Следует отметить, что описанный способ дает необходимый эффект только в том случае, если количество частиц велико и расстояние между ними, соответственно, мало. Как показал В.Я. Гольдштейн, зародыши рекристаллизации, возникшие у частиц вторых фаз вследствие фазового наклепа, менее совершенны, чем зародыши рекристаллизации, образовавшиеся в других участках решетки. Поэтому при малом числе частиц появляющиеся вблизи них зародыши будут поглощаться при отжиге растущими более совершенными центрами.

Подавление нежелательных компонент с малым инкубационным периодом последующей деформацией на небольшую степень.

Метод особенно эффективен в том случае, когда возникшие при промежуточном отжиге нежелательные центры имеют ориентировку, благоприятную для множественного скольжения. Тогда даже небольшой наклеп и последующий нагрев вызывают их рекристаллизацию с потерей той ориентировки, которую они имели после промежуточного нагрева.

Использование фазовой перекристаллизации. Этот способ применяется только для сплавов, которые испытывают фазовое превращение при температурах, близких к температуре рекристаллизации. В некоторых случаях достаточно введения в сплав небольших количеств примесей, чтобы такое превращение ста-

ло возможным. Примером может служить динамная сталь, которая должна быть изотропной (бестекстурной). Этот способ нашел практическое применение. Введение в сплав $\text{Fe} + (2,5...3) \text{ Si}$ небольших количеств углерода ($> 0,03 \%$) вызывает в сплаве $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение при температуре около 800°C .

Протекающие при быстром нагреве и при охлаждении $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения резко ослабляют текстуру.

8.4. Практические примеры управления ТР

В качестве практически важных примеров роли ТР и сложности разработки конкретных режимов их получения приведены подробнее условия формирования упоминавшихся выше различного типа текстур в трансформаторной стали.

Исходные положения. Магнитные свойства железа и трансформаторной стали резко анизотропны. На рис. 8.4 приведены известные кривые намагничивания монокристаллов Fe и Fe + Si (3,8 %). Видно, что в порядке убывания легкости намагничивания и максимальной магнитной проницаемости кристаллографические направления располагаются в следующей последовательности: $\langle 100 \rangle \rightarrow \langle 110 \rangle \rightarrow$

$\rightarrow \langle 111 \rangle$. Огромный экономический эффект от использования наиболее благоприятных ориентировок стимулировал активные поиски во всех промышленно развитых странах, в том числе и в нашей стране, технологий, которые бы обеспечивали получение трансформаторной стали с текстурами $(100) \langle 001 \rangle$ и $(110) \langle 001 \rangle$, известными как текстура куба и ребровая текстура (или текстура Госса, по имени первого разработчика). Обе эти текстуры обеспечивают уменьшение ваттных потерь на десятки процентов и уменьшение габаритов трансформаторов. Но поиски совершенствования этих текстур продолжают до сих пор.

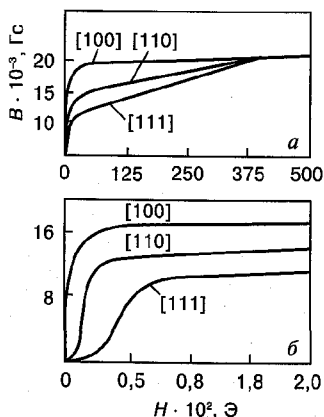


Рис. 8.4. Зависимости намагниченности от напряженности внешнего магнитного поля для разных кристаллографических направлений в монокристаллах Fe (а) и сплавах Fe + 3 % Si (б)

Текстуры обоих типов получают с помощью неоднократных процессов деформации прокаткой в виде тонких листов и промежуточных нагревов, обеспечивающих первичную и вторичную рекристаллизацию. Но условия деформации и нагревов стали для получения ребровой и кубической текстуры различны (табл. 8.2).

Таблица 8.2. Магнитные свойства текстурованной трансформаторной стали толщиной 0,32 мм

Текстура стали	μ_m , Гс/э	$P_{15/16}$, Вт/кг	H_c , э	B_r , Гс
Кубическая:				
вдоль	116000	0,97	0,07	12200
поперек	65000	1,13	0,08	11500
Ребровая:				
вдоль	55000	1,04	0,08	9500
поперек	8000	2.78	0,27	1750

Ребровая текстура (110) $\langle 001 \rangle$. Госс впервые установил, а затем многие исследователи подтвердили и уточнили, что первым условием получения ребровой текстуры является получение после первой холодной прокатки текстуры (111) $\langle 112 \rangle$.

После первой прокатки проводится промежуточный отжиг при температуре 850...900 °С, в ходе которого совершается первичная рекристаллизация с образованием нескольких текстурных компонентов, в том числе и ребровой (110) $\langle 001 \rangle$. Затем сталь подвергается второй холодной прокатке и последующему высокотемпературному отжигу, при котором зерна (110) $\langle 001 \rangle$ играют роль центров вторичной рекристаллизации и обеспечивают получение ребровой текстуры.

Позднее многими исследователями, в том числе и отечественными, было установлено, что в зернах (110) $\langle 112 \rangle$ существуют пять зон (см. гл. 2) с разной субструктурой, в том числе полосы деформации, занимающие основной объем, состоящие из субзерен, обладающих хаотичной и малой разориентировкой в пределах данной полосы деформации. Сами же полосы отделены одна от другой очень узкими, шириной ~ 0,5 мкм, переходными полосами. Субзерна в переходной полосе, в отличие от полос деформации, разориентированы резко и закономерно. Число субзерен по ширине переходной полосы равно всего 4...6.

Субзерна в средней части переходной полосы имеют ребровую ориентировку $(110) \langle 001 \rangle$. Превращение этих субзерен в зародыши с ребровой ориентировкой происходит в процессе вторичной рекристаллизации, за счет их большой разориентировки, и отсюда — из-за большой скорости роста в полосе деформации с поглощением малых по величине и хаотично расположенных субзерен этих полос. Рис. 8.5 впрямую иллюстрирует различие в характере разориентировки в переходной полосе и внутри соседних полос деформации [14].

Важным требованием является то, чтобы субзерна и зерна внутри полос деформации до определенной температуры не росли за счет друг друга и не конкурировали с растущими зернами ребровой ориентировки. Это достигается за счет введения в сталь частиц дисперсных фаз («ингибиторов»), которые, располагаясь по границам зерен в полосах деформации, препятствуют их росту. Поскольку зерна с ребровой ориентировкой резко разориентированы относительно окружения, они обладают намного большей движущей силой, чем зерна в полосах деформации, и частицы ингибиторов практически не оказывают тормозящего влияния на скорость их миграции.

Наиболее распространенными и эффективными ингибиторами являются нитриды, в частности алюминия AlN и других элементов, а также разного рода сульфиды. При повышении температуры частицы ингибиторов должны медленно растворяться.

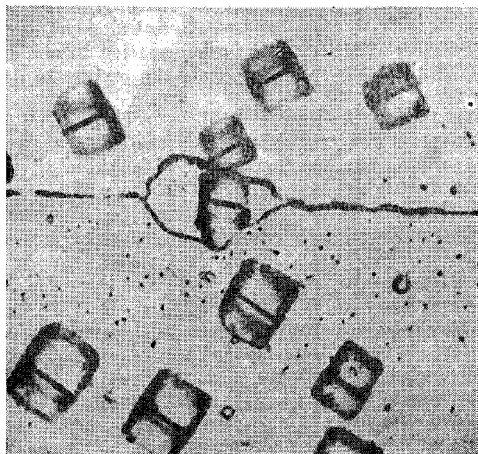


Рис. 8.5. Зародыш рекристаллизации с ребровой ориентировкой в трансформаторной стали, образовавшийся в переходной полосе и растущий в соседние полосы деформации типа $\{111\} \langle 112 \rangle$ (В.Ю. Новиков)

Оптимизация состава, размера частиц ингибиторов и расстояний между ними до сих пор является предметом исследований.

Необходимо отметить, что помимо роли ингибиторов, обеспечивающих условия для преимущественного роста зародышей (110) $\langle 001 \rangle$ и торможения роста зерен других ориентировок, имеются еще дополнительные менее сильно действующие факторы — среда отжига, различие в субструктуре зерен ребровой и других компонент текстуры и др., оптимизация которых может существенно повысить эффективность ребровой компоненты.

Кубическая текстура (100) $\langle 001 \rangle$. Наиболее благоприятным условием для получения кубической текстуры в трансформаторной стали является наличие в металле такой ориентировки перед последней прокаткой. В этом случае высокотемпературный отжиг приводит к полностью кубической текстуре. Существенную роль играет температура прокатки. Наибольшая устойчивость кубической текстуры наблюдается при 1000 °С, наименьшая — при 1200 °С. Однозначного объяснения этот экспериментальный факт еще не имеет.

Если перед холодной прокаткой и первичной рекристаллизацией сталь содержит компоненты текстуры (111) $\langle 112 \rangle$, (110) $\langle 001 \rangle$ и (100) $\langle 001 \rangle$, то предупреждению развития ребровой компоненты и стимулированию развития кубической компоненты при высокотемпературном нагреве способствует то, что металл прежде всего не должен содержать ингибиторов и должен быть максимально чистым от примесей.

В случае тонколистовой стали важную роль играют поверхностная энергия и среда отжига. По данным [13], росту зерна {110} способствует отжиг в среде водорода и гелия (или аргона) с примесью кислорода, тогда как отжиг в вакууме благоприятствует росту зерен (100). Большое содержание кислорода способствует образованию окисной пленки на поверхности кристалла. Поэтому избыток кислорода вреден. Существенна также толщина листа. При прочих равных условиях текстура {100} $\langle 001 \rangle$ образуется тем легче, чем тоньше лист. Существенную, но недостаточно изученную роль играют легирование и оптимальное содержание легирующих примесей. По данным ряда авторов, благоприятно влияет содержание кремния в количестве 1,8...2,5 % и марганца.

Малотекстурованная динамная сталь. В отличие от трансформаторной анизотропной стали динамная сталь идет на производство магнитопроводов машин переменного тока и др. Динамная сталь по составу должна быть близкой к трансформаторной, но текстура не должна быть резко выраженной. Ребровая компонента не должна в ней превышать 15...20 %. Одним из способов является то, что последняя третья деформация перед окончательным отжигом должна осуществляться на критическую или близкую к ней степень (6...10 %). Это лишает зародыши рекристаллизации ребровой ориентировки. Экономичным, видимо, является способ замены трех операций холодной обработки однократной холодной прокаткой безуглерожженных горячекатаных полос.

При нагреве в этом случае идет $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение, подавляющее вторичную рекристаллизацию. Этот способ обеспечивает более высокую изотропность, но несколько понижает общий уровень магнитных свойств.

Библиографический список к главе 8

1. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. — М.: МИСиС, 2001. — 480 с.
2. Избранов П.Д., Павлов В.А., Родигин Н.М. // ФММ. 1965. — Т. 8, вып. 3. — С. 434–436.
3. Рафалович И.Н. // ФММ. 1956. — Т. 2, вып. 2. — С. 259–269.
4. Лайнер Д.И., Крупникова-Перлина Е.И. // ФММ. 1960. — Т. 9, вып. 4. — С. 542–544.
5. Вайнблат Ю.М., Горелик С.С., Сагалова Т.Б. // ФММ. 1976. — Т. 32, вып. 4. — С. 870–874.
6. Каверина С.Н., Котко В.А., Перлович Ю.А. Металлофизика. — Киев: Наукова думка, 1974. — Вып. 50. — С. 40–47.
7. Akishe, Osaki, Takashima, Kikvo // J. Jap. Inst. Metal. 1972. — Т. 36. Р. 73–77.
8. Горелик С.С., Сагалова Т.Б., Сафонов Ю.С., Султанов М.Л. Неорганические материалы. 1994. — Т. 10, № 3. — С. 314–317.
9. Равич И.Г., Розенберг В.М., Казаковцева В.А. // Изв. АН СССР. Металлы. 1972. — № 5. — С. 160–165.
10. Goodman S.R., Hu H. // Trans. AJME. 1966. — V. 250. — P. 710–722.
11. Афанасьев С.В., Горбачев В.Н., Молотилев Б.В. и др. // ФММ. 1971. — Т. 31, вып. 2. — С. 385–395.
12. Соснин В.В., Ястребов Т.Я. — М.: МиТОМ, 1974. — № 7. — С. 74–76.
13. Лившиц Б.Г., Новиков В.Ю., Рощина Л.В. // ФММ. 1972. — Т. 34, вып. 4. — С. 301–310.

Глава 9

ДИАГРАММЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Наряду с химическим и фазовым составом в изделиях из металлов и сплавов в технических условиях и стандартах часто оговаривается размер зерна, а в ряде случаев и степень разноструктурности. Это обусловлено очень важным влиянием этих параметров на структурно-чувствительные, механические и другие свойства. Существенным является размер зерна и характер структуры на промежуточных технологических операциях.

Наиболее общепринятая форма графического изображения этих данных — трехмерные диаграммы, на которых в общем случае изображается зависимость средней величины зерна $\bar{D}$ от степени деформации (ϵ , %) и температуры отжига или деформации (t , °C) — так называемые *диаграммы рекристаллизации*.

Чаще всего строят диаграммы рекристаллизации трех типов. Если рекристаллизационный отжиг проводят после холодной деформации, то строят диаграммы первого рода (рис. 9.1). На них изображают зависимость средней величины зерна от степени деформации и температуры последующего рекристаллизационного отжига при определенной его длительности. Диаграммы второго рода строят в случае горячей деформации. Они показывают зависимость средней величины зерна от степени и температуры горячей деформации при данной скорости без отжига после деформации (рис. 9.2).

В современной технике широкое применение получили высоколегированные сплавы, предназначенные для работы в условиях высоких температур и напряжений, активных сред и др. Из-за низкой пластичности деформация большинства таких сплавов должна быть горячей, однако структура, полученная непосредственно после горячей деформации, часто является термически нестабильной и плохо повторяемой, так как зависит от небольших колебаний в условиях деформации.

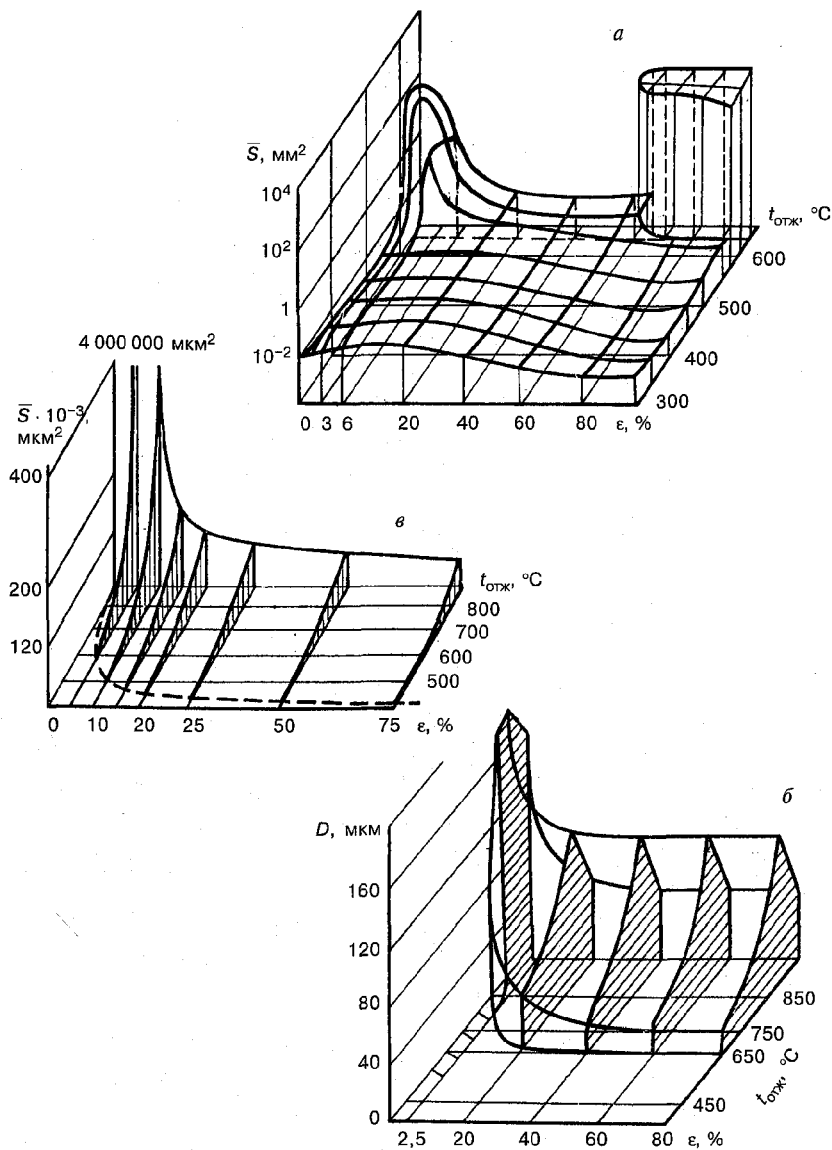
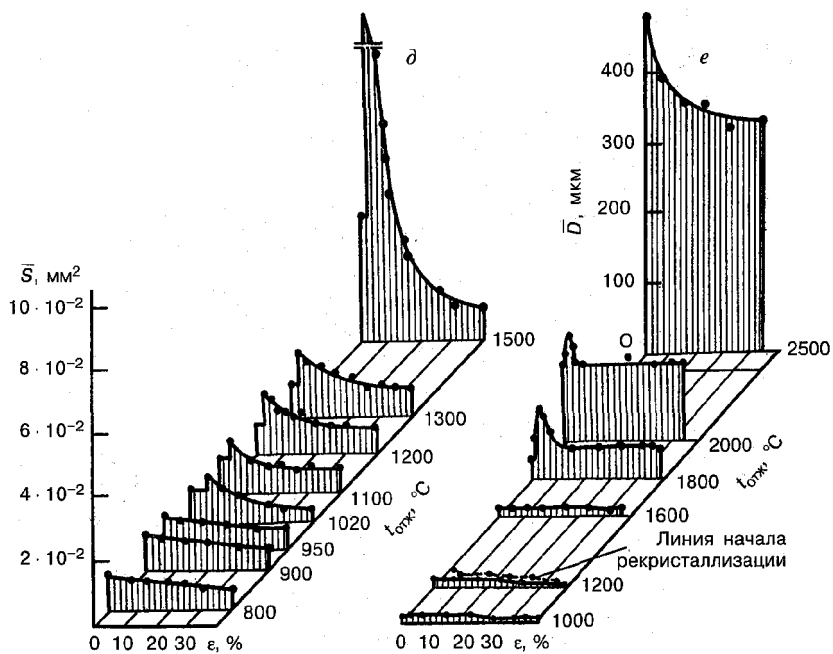
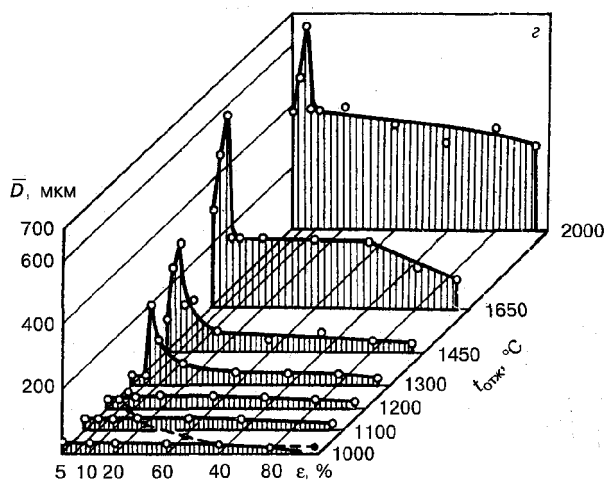


Рис. 9.1. Диаграммы рекристаллизации первого рода:
a — алюминий (99,6 %); *б* — железо электролитическое; *в* — титан технической чистоты; *г* — ниобий; *д* — тантал; *е* — хром



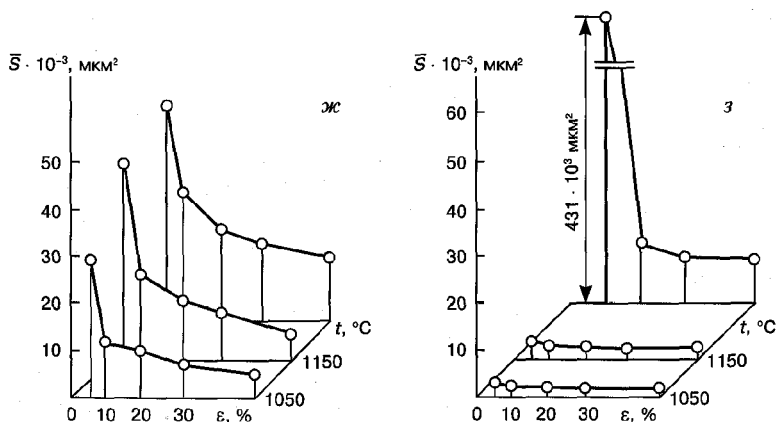


Рис. 9.1. Диаграммы рекристаллизации первого рода:

ж — аустенитная сталь X18H14M2 (0,1 % C; 18 % Cr; 14 % Ni; 2 % Mo); з — аустенитная сталь X18H14M2B1 (0,1 % C; 18 % Cr; 14 % Ni; 2 % Mo; 1 % Nb), содержащая карбиды NbC и интерметаллиды Fe_3Nb_2 , растворяющиеся выше 1160 °C

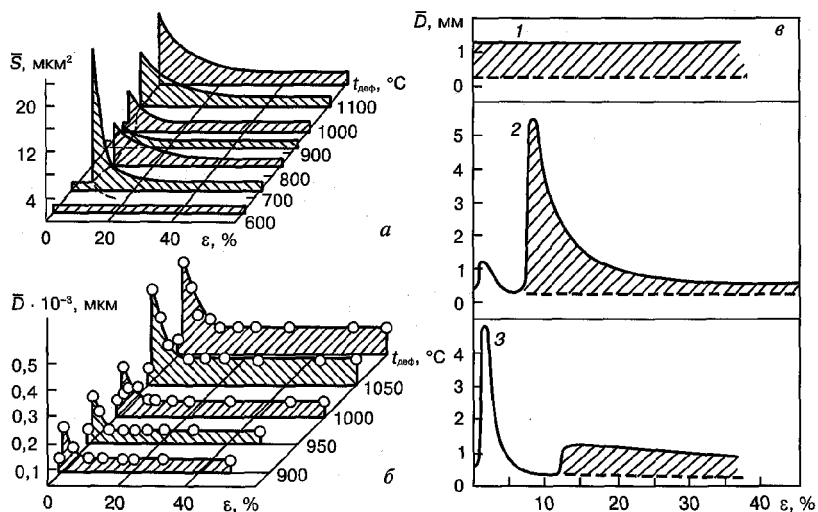


Рис. 9.2. Диаграммы рекристаллизации второго рода:

а — сталь с 0,06 % C, горячая прокатка, отжиг 5 мин при температуре прокатки, охлаждение с печью; б — сплав ЭИ 437, ковка под прессом, охлаждение в песке; в — кривые рекристаллизации сплава X12H20T3P в разных исходных состояниях после холодного деформирования и отжига при 1200 °C за 12 ч:

1 — горячекатаный прут без термообработки; 2 — отжиг при 1100 °C; 3 — отжиг при 1180 °C

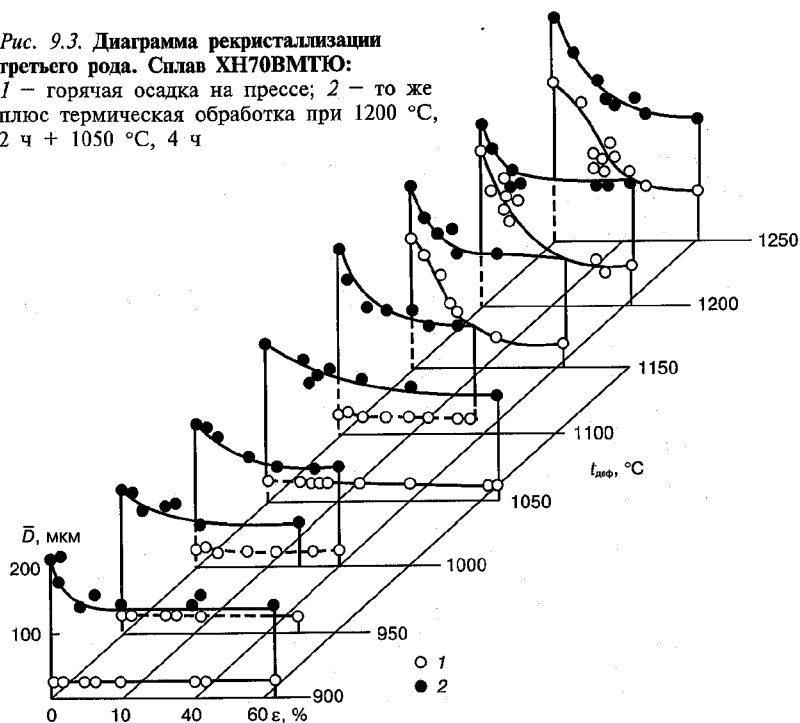
Поэтому для стабильного получения необходимой микроструктуры изделия из этих сплавов после горячей деформации подвергают заключительной термической обработке.

Это вызвало необходимость построения диаграмм рекристаллизации третьего рода, которые показывают величину зерна после горячей деформации и последующего нагрева (рис. 9.3). На них для каждой температуры деформации приводятся две кривые: одна — для величины зерна непосредственно после деформации (как на диаграммах второго рода), другая — для величины зерна после окончательной термической обработки. При построении диаграммы рекристаллизации все факторы, имеющие практическую значимость и влияющие на величину зерна, должны сохраняться постоянными, и сведения о них должны прилагаться к диаграмме.

Следует учитывать, что диаграммы рекристаллизации в их общепринятом виде дают, к сожалению, ограниченную информацию о характере рекристаллизованной структуры и не отра-

Рис. 9.3. Диаграмма рекристаллизации третьего рода. Сплав ХН70ВМТЮ:

1 — горячая осадка на прессе; 2 — то же плюс термическая обработка при 1200 °С, 2 ч + 1050 °С, 4 ч



жают многие существенные ее особенности. Так, на диаграммах рекристаллизации приводится обычно средняя величина зерна $\bar{D}$. Поэтому, если в основной массе зерен, относящихся к баллу 8, имеется несколько очень крупных зерен, то на диаграмме рекристаллизации такая структура может быть оценена, например, баллом 2 или 3. Диаграммы тем более не отражают характера разнотерности — микрон неоднородная или макрон неоднородная (зональная, строчечная) и др. Конечно,

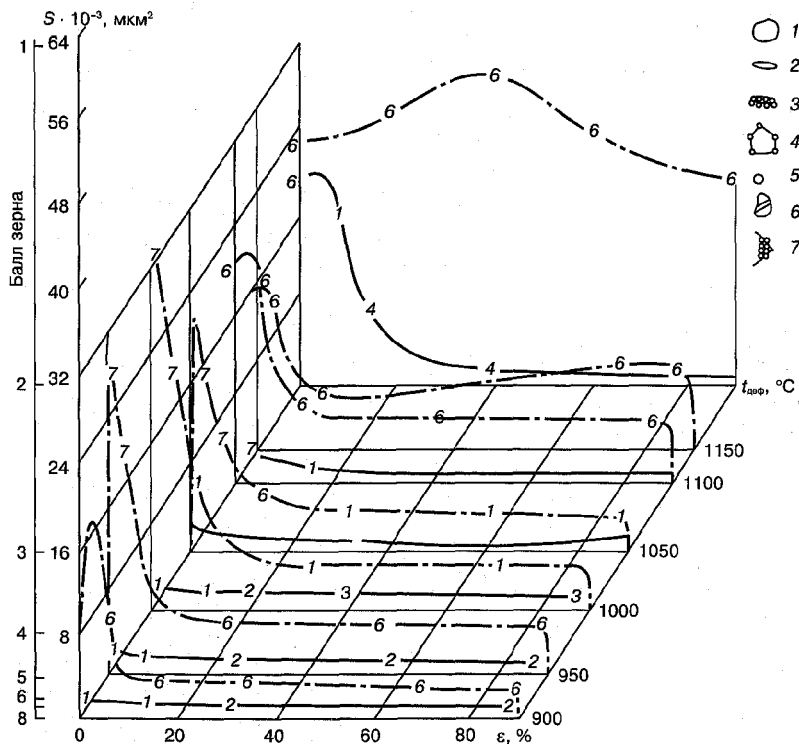


Рис. 9.4. Диаграмма рекристаллизации третьего рода, характеризующая основные особенности структуры:

1 — равновесные однородные зерна; 2 — неравновесные однородные зерна; 3 — вытянутые исходные зерна и на их границах мелкие равноосные зерна — начало первичной рекристаллизации; 4 — крупные равноосные исходные зерна и на их границах небольшое число мелких новых зерен — начало первичной рекристаллизации; 5 — новые равноосные зерна, занимающие 100 % площади; 6 — двойники в большинстве зерен; 7 — разнотерная микроструктура, сплошные линии — после осадки; штрих-пунктирные — после осадки и термической обработки

такая оценка не характеризует структуру и снижает практическую пользу диаграммы.

Д.И. Бережковский [1] предложил строить диаграммы рекристаллизации третьего рода и характеризовать тип структуры (равноосность и однородность зерен, наличие двойников и др.) с помощью специальных значков, как это показано на рис. 9.4.

Нижняя кривая на диаграммах рекристаллизации третьего рода отражает структуру непосредственно после горячей деформации. Очень часто такая структура состоит частично из новых рекристаллизованных зерен и частично из сохранившихся еще исходных зерен. Такая структура показана на рис. 9.5. Крупные исходные деформированные зерна окружены мелкими новыми зернами. Чем выше степень деформации и меньше скорость охлаждения после горячей деформации — больше количество новых зерен и меньше площадь, занимаемая остатками исходных. Это тоже разнотернистость. Однако зерна отличаются не только размерами, но и степенью совершенства (объемной энергией). Крупные исходные зерна деформированы и исчезают при последующем нагреве или в процессе замедленного охлаждения непосредственно после горячей деформации. Мелкие, более совершенные, новые зерна растут за счет этих крупных — картина обратная той, когда крупные рекристаллизованные зерна растут за счет мелких.

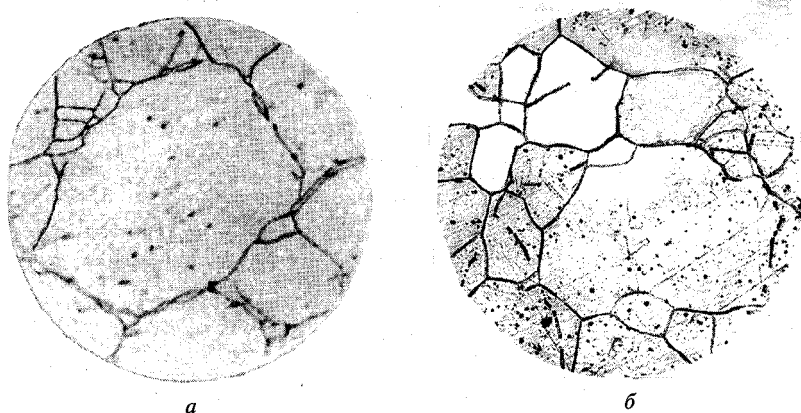


Рис. 9.5. Сплав Н36ХТЮМ8. Микроструктура после горячей деформации на 6 % (а) и 20 % (б). Крупные зерна — деформированные, мелкие — рекристаллизованные

Ясно, что свойства наклепанных и рекристаллизованных зерен существенно различаются. Поэтому практически важно, чтобы диаграмма рекристаллизации третьего рода указывала, из каких зерен состоит структура — деформированных или рекристаллизованных (с однородной или разнoзернистой структурой). Несомненно, ценными были бы указания и на наличие или отсутствие текстуры.

Наглядный и практически полезный способ изображения разнoзернистости на диаграммах рекристаллизации первого рода предложен в работе [2]. Разнoзернистую структуру характеризуют двумя величинами: средним размером зерна мелкозернистой матрицы и средним размером крупных зерен (см. рис. 9.6). Соответственно, на участках диаграммы рекристаллизации с разнoзернистой структурой наносят не одну, а две экспериментальные кривые. Для большей наглядности на сечениях диаграммы рекристаллизации области с разнoзернистой структурой, заключенные между двумя кривыми, рекомен-

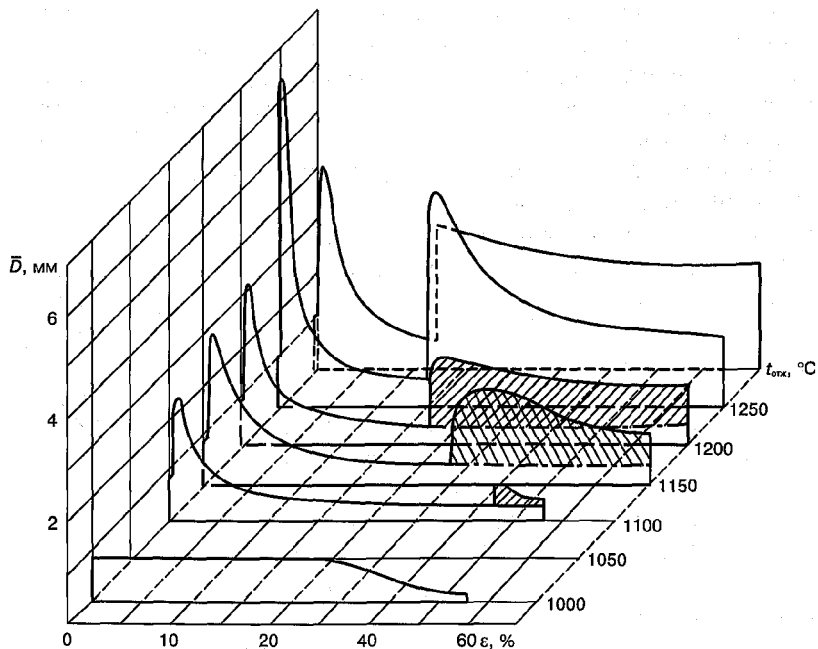


Рис. 9.6. Диаграмма рекристаллизации первого рода для горячей деформации сплава ХН77ТЮР (деформация при 1000 $^{\circ}\text{C}$, отжиг 2 ч). Заштрихована область с однозернистой структурой

дуются заштриховать, как показано на рис. 9.6. Такой способ не только дает более правильное представление об истинной микроструктуре, но и позволяет более четко и надежно выявлять максимумы величины зерна.

Экономичным и быстрым способом построения истинных диаграмм рекристаллизации является способ, основанный на использовании плоских конусных образцов (см. рис. 7.4, гл. 7), деформируемых растяжением. На такой образец наносят метки. Об истинной деформации на данном участке образца судят по относительному увеличению расстояния между соседними метками.

При деформации такого образца получают набор степеней деформации от близкой к нулю у основания конуса до максимальной у тонкой шейки образца (или у места разрыва). Величина максимальной степени деформации определяется пластичностью образца при данных условиях деформации. Градиент степеней деформации по длине образца можно варьировать, меняя угол наклона у основания конуса и суммарную величину деформации всего образца. Так, при изучении структуры в интервале критических степеней деформации удобнее растянуть область малых степеней, для чего уменьшают угол наклона конуса.

Преимуществом такого метода является, во-первых, высокая производительность и наглядность. На одном конусном образце, деформированном и затем отожденном при одной температуре, можно сразу получить изотермический разрез всей диаграммы рекристаллизации, а всю диаграмму построить с помощью ~ 10 образцов. Метод очень нагляден, особенно в тех случаях, когда в определенных интервалах возникает крупнозернистая или разнотернистая структура. Соответствующие области отчетливо выявляются на образцах, как это показано в качестве примера на рис. 7.14 (гл. 7).

Недостатком метода конусных образцов является, с одной стороны, то, что он не пригоден для малопластичных материалов, в которых разрушение наступает уже после очень небольших степеней пластической деформации. Кроме того, нужно иметь в виду, что закономерности, полученные на образцах, деформированных растяжением, как правило, не могут быть полностью перенесены на случаи деформации по иной схеме. В тех случаях, когда небольшие колебания в ве-

личине зерна несущественны, а условий для образования резкой разнорзернистости в сплаве нет, можно ограничиться обычным способом построения диаграмм рекристаллизации.

Существенный недостаток обычных диаграмм рекристаллизации состоит еще в том, что на них дается размер зерна для деформации разных степеней и разных температур отжига при одинаковой продолжительности отжига или при одинаковой скорости охлаждения, т. е. *по существу для разных стадий процесса рекристаллизации*. Ясно, что чем больше была степень деформации и выше температура отжига, тем дальше за то же время нагрева или охлаждения проходит процесс рекристаллизации.

Практическое значение, несомненно, имели бы диаграммы, на которых наносилась бы величина зерна к концу первичной рекристаллизации, а в случае необходимости — на разных стадиях последующей рекристаллизации. Такие диаграммы можно было бы весьма эффективно использовать при установлении технологических режимов, обеспечивающих получение заданной структуры. К сожалению, построение этих диаграмм очень трудоемко и требует большого числа отжигов различной продолжительности.

В металловедческой литературе опубликованы некоторые диаграммы рекристаллизации для широко используемых металлов и сплавов на основе железа, никеля, меди алюминия и других металлов. Для некоторых сплавов, в частности для конструкционных сталей, построено по несколько диаграмм (для различных схем и условий деформации, разных исходной величины зерна и скорости нагрева и др.).

Значительная часть диаграмм собрана в работе [3]. Некоторые из них приведены на рис. 9.1 и 9.2.

По мере создания новых сплавов или расширения круга используемых металлов, по мере разработки новых приемов и технологических режимов, влияющих на микроструктуру, строят все новые диаграммы рекристаллизации. Так, Е.М. Савицким с сотр. построено много диаграмм рекристаллизации для тугоплавких и редких металлов, таких, как хром [4], ниобий [5], тантал [6], цирконий [7] и др. Часть из них показана на рис. 9.1.

Расширение использования жаропрочных сплавов и требований к их структуре привело к разработке диаграмм рекрис-

таллизации ряда сложных сплавов на основе никеля и железа [8]. Типичные диаграммы рекристаллизации этой группы были приведены выше.

Диаграммы рекристаллизации при всех их отмеченных недостатках широко используют при выборе технологических режимов обработки давлением, а также промежуточных и окончательных операций отжига.

Если исходить из того, что увеличение степени деформации резко повышает скорость зарождения центров рекристаллизации, следовало бы ожидать, что величина зерна на диаграммах рекристаллизации должна непрерывно уменьшаться с ростом степени деформации. Однако, как отмечено выше, диаграммы показывают величину зерна после отжигов, имеющих одинаковую продолжительность для всех степеней деформации и температур. Поэтому для разных участков диаграммы фиксируются разные стадии рекристаллизации.

Для температур нагрева выше t_p^n при отжиге обычной продолжительностью 1...3 ч, как правило, успевает совершиться не только первичная рекристаллизация, но та или иная стадия собирательной и вторичной рекристаллизации. В связи с этим зависимость величины зерна от степени деформации на диаграммах рекристаллизации не имеет вида монотонных кривых, а характеризуется обычно наличием одного или большего числа максимумов величины зерна. Число, положение и высота этих максимумов, а также механизм их возникновения сложно зависят от большого числа факторов (см. гл. 6 и гл. 7).

Наиболее распространен и исследован первый максимум величины зерна в области малых критических степеней деформации (см. гл. 7). В более или менее резко выраженной форме этот максимум присутствует на всех диаграммах рекристаллизации, кроме построенных для скоростного (индукционного) нагрева.

Менее распространен второй максимум, который часто встречается в области средних степеней деформации в материалах, представляющих собой пересыщенные твердые растворы. В зависимости от фазового состава сплава, температуры и степени деформации, температурного уровня и характера распада твердых растворов, растворения и коагуляции дисперсных фаз, второй максимум может наблюдаться в интервале

разных температур и степеней деформации от 20 до 50 %. Часто, он сопровождается резкой разнoзернистостью. Этот максимум характерен для многих важных стареющих жаропрочных сплавов, в которых крупнозернистость и разнoзернистость недопустимы.

До недавнего времени было высказано несколько различных представлений о механизации образования второго максимума, но они не были экспериментально подтверждены.

Анализ литературных данных и собственных экспериментов [2] позволяет объяснить это явление для большинства случаев. Как правило, второй максимум возникает в стареющих сплавах и в том интервале температур и концентраций, в котором накладываются процессы роста зародышей рекристаллизации (или роста первично рекристаллизованных зерен) и распада твердого раствора или начала коалесценции или обратного растворения ранее выпавших дисперсных частиц.

Факторами, благоприятствующими быстрому росту рекристаллизованных зерен, являются некоторая разнoзернистость зародышей рекристаллизации и наличие на их границе медленно коалесцирующих или растворяющихся дисперсных частиц. Это обеспечивает условия для быстрого и все ускоряющегося роста новых зерен и образования максимума величины зерна.

Третий максимум величины зерна наблюдается еще в меньшем числе случаев. Он располагается в области высоких степеней деформации при наличии перед рекристаллизацией четкой текстуры деформации. Немногие зерна, имеющие ориентировку, отличную от ориентировки матрицы, растут за счет этой матрицы.

В присутствии дисперсных фаз, растворяющихся только при высоких температурах (нитриды, карбиды, окислы, интерметаллиды), рекристаллизованные зерна сохраняются мелкими вплоть до температуры начала растворения этих фаз.

Нагрев на температуры, отвечающие началу этого растворения, особенно если оно идет с малой скоростью, приводит к резкому скачкообразному росту зерен до очень больших размеров.

Вообще, наблюдаемое на диаграммах рекристаллизации ряда сплавов и металлов скачкообразное увеличение размера зерна, аналогичное показанному на рис. 9.1, *е*, *з*, начиная с определенной температуры нагрева, *всегда является результатом на-*

чала интенсивного растворения дисперсных фаз и может служить подтверждением этого растворения.

При наличии полиморфного превращения, например $\text{Fe}_\alpha \rightarrow \text{Fe}_\gamma$, зависимость $D = f(\tau)$ усложняется. В случае такого превращения измельчается зерно, и поэтому нагрев при температурах ниже и выше точки превращения сопровождается образованием более крупного зерна, чем нагрев при температуре, немного превышающей температуру полиморфного превращения.

Особый характер носят диаграммы рекристаллизации для скоростного нагрева (индукционного или электроконтактного) без изотермической выдержки при температуре нагрева [8] (рис. 9.7). Максимум величины зерна на них практически от-

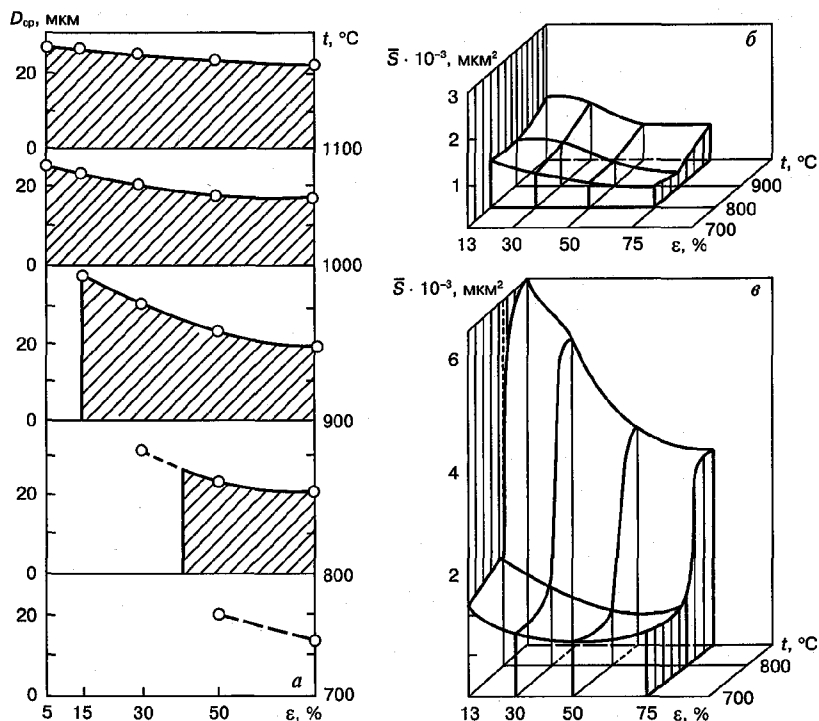


Рис. 9.7. Диаграмма рекристаллизации для скоростного электронагрева: а — техническое железо, индукционный нагрев 50 °C/с; б — сталь 10, контактный электронагрев 1 с, охлаждение на воздухе; в — сталь 10, нагрев в печи 10 мин, охлаждение на воздухе

существует. Построение таких диаграмм рекристаллизации для разных скоростей нагрева необходимо в связи со все более широким внедрением в промышленную практику скоростных методов нагрева изделий.

При всех недостатках обычных диаграмм рекристаллизации они все же позволяют прогнозировать и объяснять некоторые важные закономерности структурообразования при рекристаллизации. Например: образование максимума величины зерна при нагреве после небольших степеней холодной деформации и менее резко выраженное при горячей деформации; резкое укрупнение зерен в интервале температур растворения, дисперсных фаз и часто встречающуюся при этом разнотернистость; определение природы крупных зерен при разнотернистости (деформированные зерна или рекристаллизованные); слабую зависимость величины зерна от степени деформации при рекристаллизации в условиях скоростного (индукционного) нагрева и др.

Вместе с тем на вид диаграмм рекристаллизации и характер формирующейся структуры влияет очень большое число факторов: химический и фазовый состав сплава, а для чистых

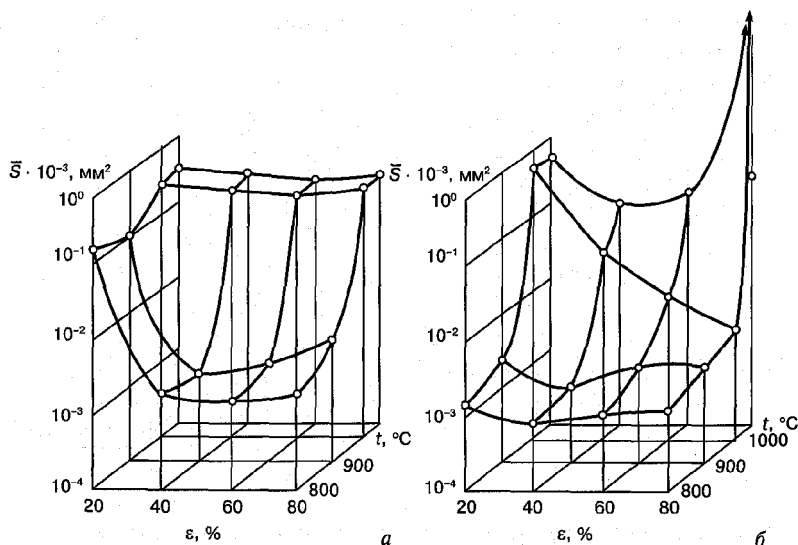


Рис. 9.8. Диаграмма рекристаллизации хромистой бронзы с разной исходной микроструктурой

металлов — степень чистоты и содержание в них примесей; исходная величина зерна и текстура; схема и скорость деформации; скорость нагрева; продолжительность изотермического нагрева; скорость охлаждения. Необходимо фиксировать также размеры и положение в образце участка шлифа, на котором определялся средний размер зерна. Это делает полезным получение диаграмм рекристаллизации для каждого конкретного случая, что, однако, очень сложно и трудоемко. Очевидно, большую помощь может оказать построение диаграмм с помощью моделирования.

Ниже приведен пример существенного различия в характере микроструктуры, сформировавшейся при рекристаллизации в сплаве одного и того же химического и фазового состава, но с разной структурой, созданной предварительной термообработкой [9].

Образцы хромистой бронзы ($\text{Cu} + 0,5\% \text{Cr}$ (масс.)) перед деформацией и рекристаллизационным отжигом были получены в разных состояниях 1 и 2 (рис 9.8) за счет разных режимов термообработки.

Состояние 1 (рис. 9.8, а) было получено закалкой с 1020°C и последующим старением при 500°C в течение 20 ч. Размер зерен матрицы составил 0,7 мм; частиц, выделившихся из раствора хрома — 0,005 мм. Концентрация хрома, оставшегося растворенным в меди, — 0,02% (масс.).

Состояние 2 (рис. 9.8, б) было получено закалкой с 700°C после выдержки 1 ч. Размер зерен матрицы — 0,002 мм, частиц хрома — 0,002 мм. Концентрация растворенного хрома — 0,04% (масс.).

Образцы двух состояний были подвергнуты холодной прокатке с обжатием 20, 40, 60 и 80° и последующему отжигу при 800, 900, 1000 и 1040°C .

Рассматривая диаграммы рекристаллизации после таких обработок (см. рис. 9.8), ясно видно различие в характере сформировавшейся микроструктуры.

Рекристаллизация при 800°C и 900°C после средних степеней деформации измельчает зерно в состоянии 1 и практически не влияет на него в состоянии 2. В случае рекристаллизации при 1000°C зависимость обратная. После рекристаллизации при 1040°C в образцах серии 2, деформированных на 80 %, возникает резко выраженный максимум величины зер-

на, обусловленный вторичной рекристаллизацией в матрице с кубической текстурой. В образцах серии 1 такого максимума нет.

Приведенный пример показывает, что нельзя говорить о диаграммах рекристаллизации того или иного металла и тем более сплава вообще, не учитывая исходного состояния материала и режимов предшествующей деформации и термообработки.

Библиографический список к главе 9

1. Бережковский Д.И. // Митом. 1962. — № 9. — С. 29–33.
2. Маслеников Б.Ф., Горелик С.С. // ФММ. 1972. — Т. 34, вып. 2. — С. 354–360.
3. Рогельберг И.А., Шпиченецкий Е.С. Диаграммы рекристаллизации металлов и сплавов. — М.: Металлургиздат, 1950. — 280 с.
4. Савицкий Е.М., Терехова В.Ф., Холонов А.В. // ДАН СССР. 1959. Вып. 109. № 4. — С. 794–795.
5. Савицкий Е.М., Барон В.В., Иванова К.Н. // ДАН СССР. 1959. Т. 126, № 4. — С. 771–773.
6. Савицкий Е.М., Тылкина М.А., Цыганова И.А. // ДАН СССР. 1958. Т. 118, № 4. — С. 720–722.
7. Савицкий Е.М., Терехова В.Ф. // ДАН СССР. 1957. Т. 112, № 2. — С. 276–278.
8. Иванов В.И., Осипов К.А. Возврат и рекристаллизация при быстром нагреве. — М.: Наука, 1964. — 186 с.
9. Равич И.Г., Розенберг В.М., Казаковцева В.А. // Изв. АН СССР. Металлы. 1973. № 5. — С. 160–165.

Глава 10

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩЕМ НАГРЕВЕ

Условно к тепловой относят деформацию при температурах $0,3...0,5 T_{пл}$, когда в ходе обычной деформации могут интенсивно развиваться процессы возврата и полигонизации и лишь в особых условиях (интенсивная пластическая деформация, диффузионная ползучесть), которые рассматриваются отдельно, проходят процессы рекристаллизации — формирования новых высокоугловых границ зерен.

Температура оказывает сильное влияние на сопротивление деформации и формирование деформационной структуры. Одновременное воздействие температуры и напряжений ведет к изменению взаимодействия дефектов решетки и примесей, существенно влияет на диффузионные процессы и стабильность сплава. Это проявляется в усилении скоростной зависимости деформационных процессов, изменении характера диаграмм деформации, в их большем различии для металлов и сплавов.

10.1. Диаграммы деформации и структурные процессы в металлах

С повышением температуры снижаются модули упругости, что обусловлено увеличением межатомного расстояния. Снижение модулей упругости для всех металлов примерно одинаково, поэтому напряжения, необходимые для пластического течения, не могут меняться слабее, чем изменение с температурой модуля сдвига $G(T)$ [1].

Температурная зависимость сопротивления течению (по сути, предел текучести) для малых деформаций зависит от типа решетки, а для больших деформаций еще и от создаваемой при деформации структуры.

Для плотноупакованных монокристаллов г.ц.к. металлов диаграмму деформации определяют: предел текучести, модули упрочнения и напряжение перехода к третьей стадии деформации, т. е. к динамическому возврату, обусловленному, в основном, процессами поперечного скольжения дислокаций. Модули упрочнения с температурой изменяются слабее, чем предел текучести.

В результате трехстадийная диаграмма, характерная для холодной деформации г.ц.к. монокристаллов, изменяется следующим образом. С повышением температуры уменьшается протяженность первой стадии (снижается критическое напряжение сдвига во вторичных системах скольжения и раньше наступает множественное скольжение). Коэффициент упрочнения на второй стадии от температуры практически не зависит и примерно одинаков ($\theta_{II} \approx G/300$) для различных металлов благодаря превалирующей роли упругого междислокационного взаимодействия. При этом уменьшаются напряжение перехода к третьей стадии деформации, связанное с рекомбинацией дислокационных барьеров, и протяженность второй стадии. В результате, чем выше температура, тем при меньшем напряжении наступает динамический возврат, тем сильнее выражена третья стадия. Влияние энергии дефектов упаковки проявляется лишь на уровне напряжений и температуре, при которых происходят те или иные междислокационные взаимодействия. Это приводит к различиям в величине напряжения τ_{III} и протяженности второй стадии. Чем ниже энергия дефектов упаковки, тем позже наступает динамический возврат, тем при прочих равных условиях до более высоких значений может быть упрочнен металл или сплав пластической деформацией. Влияние величины энергии дефектов упаковки проявляется и в поликристаллическом состоянии материала.

Для г.п.у. монокристаллов влияние температуры сильно зависит от ориентировки, что связано с разной температурной зависимостью критического напряжения сдвига для различных систем скольжения и, соответственно, изменением дислокационных реакций при деформации, а также с большим влиянием образующихся в процессе деформации точечных дефектов, взаимодействующих и изменяющих дислокационное строение и упрочнение этих металлов. Кластеризация точечных дефек-

тов порождает призматические дислокационные петли, являющиеся препятствием для движущихся дислокаций. В то же время точечные дефекты облегчают переползание дислокаций, что приводит к их перераспределению, частичной аннигиляции и снятию напряжений. Изменение диаграмм деформации г.п.у. монокристаллов с изменением температуры сильно зависит от c/a -решетки, энергии дефектов упаковки, энергии активации самодиффузии.

Для о.ц.к. монокристаллов еще более сложно изменяются характер и параметры диаграммы деформации с изменением температуры. Причинами этого являются разная температурная зависимость напряжений течения для различных семейств скольжения и очень сильное влияние примесей.

Во всех металлах с ростом температуры структура в ходе деформации изменяется однотипно: от нерегулярного распределения дислокаций (петли, скопления у границ) к ячеистой структуре. Чем выше температура, тем меньше деформация, необходимая для этого перехода, тем больше размер ячеек, уже и правильнее границы. Средний размер ячеек для меди, как показали Бейли и Хирш, возрастает от 0,6 мкм (деформация при 196 °С) до 1,8 (деформация при 400 °С) и 7 мкм (деформация при 650 °С). Ширина границ ячеек изменяется от 1500 Å для деформации при 196 °С и комнатной температуре до 500 Å в случае деформации при 400 °С. При достаточно высоких степенях деформации и повышенных температурах в результате развития процессов полигонизации, связанных с существенным развитием переползания дислокаций, происходит образование субзеренной структуры. Границы субзерен формируются либо путем сплющивания границ ячеек (при сравнительно низких температурах и высоких скоростях деформации), либо построением дислокаций в более устойчивые конфигурации: стенки и сетки (при малой скорости и повышенных температурах деформации).

Для условий теплой деформации у большинства металлов и сплавов с понижением температуры наблюдается более раннее наступление и большая протяженность стадии динамического возврата. В связи с этим на диаграммах часто наблюдается площадка — так называемая стадия установившегося течения (рис. 10.1, [2, 3]). Напряжение на площадке растет с повышением скорости и при снижении температуры деформации.

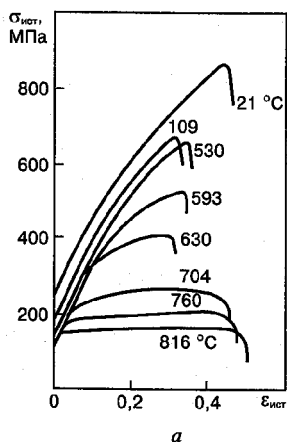
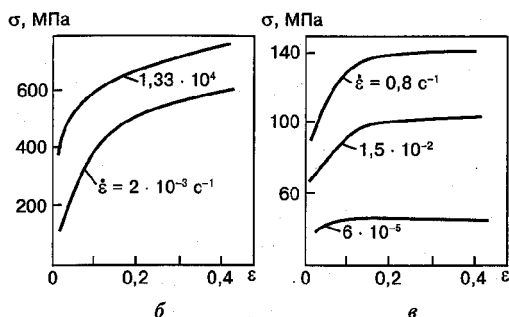


Рис. 10.1. Изменение диаграмм деформации с повышением температуры и скорости деформации:

a — растяжение, аустенитная сталь 18 Cr + 12 Ni; *б, в* — сжатие, железо



Размер субзерен, формирующихся на этой стадии обратно пропорционален напряжению: $d_{с.з.} \sim 1/\sigma_{ss}$. Эта зависимость отражает то обстоятельство, что суммарная площадь субграниц, а следовательно, и величина запасенной энергии пропорциональны $d_{с.з.}^{-1}$.

Начальный подъем кривой сопротивления деформации σ (стадия II — множественного скольжения) связан с увеличением плотности дислокаций и началом формирования ячеистой структуры. Дислокационные петли распространяются от источников Франка—Рида, находящихся внутри ячеек. Пересечения этих петель с другими дислокациями образуют пороги, которые, в свою очередь, при дальнейшем движении дислокаций, порождают точечные дефекты, способствующие переползанию краевых дислокаций. Спад напряжения вызывается процессом аннигиляции дислокаций противоположных знаков в стенках ячеек.

На установившейся стадии наступает динамическое равновесие между количеством возникающих и аннигилирующих дислокаций.

Важнейшая особенность этой стадии — равноосность и постоянство размеров субзерен, а также постоянство углов разориентировки между ними.

В работах [4, 5] методом электронной микроскопии исследовали структуру алюминия, прессованного в интервале 250...500 °C со скоростью деформации $\sim 1 \text{ c}^{-1}$. Повышение температуры прессования вызывает увеличение размеров субзерен,

уменьшение толщины их стенок, а также уменьшение плотности дислокаций внутри субзерен.

Основная особенность рассмотренных элементарных процессов изменения структуры при повышенной температуре деформации состоит в том, что они представляют собой процессы, термически активируемые.

Влияние температуры и скорости деформации на вид зависимости $\sigma = f(\epsilon)$ связано прежде всего с их воздействием на структуру, формирующуюся при деформации через термически активируемые процессы движения дислокаций. К ним относятся процессы преодоления препятствий от близкодействующих полей напряжения, таких, как «лес дислокаций», пороги на винтовых дислокациях, барьеры Ломера–Коттрелла, барьеры Пайерлса–Набарро¹.

Для описания дорекристаллизационной стадии процесса в большом диапазоне температур и скоростей деформации и напряжений предложена следующая зависимость:

$$\dot{\epsilon} = A(\text{sh } \alpha \sigma)^n \exp(-Q_d/RT), \quad (10.1)$$

где A , α , и n — константы, не зависящие от температуры и напряжений; Q_d — величина, близкая к энергии активации самодиффузии, однако зависящая от температуры и значений ϵ или α . Кроме того, экспериментально установлено, что Q_d повышается при введении малых растворимых и нерастворимых добавок².

К числу важнейших термически активируемых процессов формирования дислокационной структуры, кроме переползания дислокаций, относится поперечное скольжение. Оба процесса с уменьшением ширины расщепленных дислокаций проходят легче. Поэтому на скорость деформации при повышен-

¹ Препятствия, создающие дальнедействующие поля напряжений, относятся к атермическим, поскольку энергия, необходимая для их преодоления, много больше энергии возможных термических флуктуаций.

² Зависимость (10.1) была использована для изучения процессов динамического возврата и рекристаллизации в большом диапазоне скоростей деформации для г.ц.к. металлов с разной энергией $\gamma_{\text{д.у.}}$. При малых скоростях, когда происходил только динамический возврат, значение Q оказалось близким к энергии активации самодиффузии. При больших скоростях деформации ($> 4 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$) реализовалась динамическая рекристаллизация и значение Q намного превышало энергию активации самодиффузии. Причина этого остается неясной.

ных температурах влияет энергия дефектов упаковки $\gamma_{д.у.}$. В связи с этим представляет интерес зависимость, включающая в себя энергию $\gamma_{д.у.}$ как [6] один из параметров процесса:

$$\dot{\epsilon} = A'D\gamma_{д.у.}^{3,5}(\sigma/E)^5, \quad (10.2)$$

где $D = D_0 \exp(-Q_d/RT)$; A' — константа; D — коэффициент самодиффузии; E — модуль Юнга.

Динамическая полигонизация, являющаяся основным структурным процессом при больших степенях деформации на установившейся стадии течения, может быть определяющей и при горячей деформации ($T_{деф} > 0,5 T_{пл}$). В этом и состоит условность такого деления на теплую и горячую деформацию.

Процессы упрочнения и разупрочнения совершаются во времени. Скорость их существенно и по-разному зависит от многих факторов: температуры, степени и скорости деформации, энергии дефектов упаковки, исходного структурного состояния и фазового состава и др.

Поскольку упрочнение и разупрочнение протекают параллельно, степень реализации каждого из этих процессов и соответственно вклад в результирующую структуру сильно зависят от перечисленных выше факторов.

Как будет показано ниже, в условиях горячей деформации небольшие колебания в значении некоторых из указанных факторов сильнее влияют на колебания в характере структурных изменений, чем при холодной и теплой деформации.

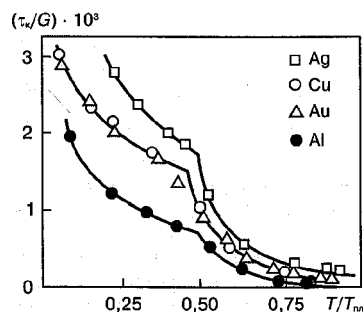


Рис. 10.2. Напряжение течения монокристаллов алюминия, золота, меди и серебра в функции гомологических температур

Наличие корреляции между энергией $\gamma_{д.у.}$ и поведением материала при деформации в разных температурных интервалах может быть проиллюстрировано результатами, приведенными на рис. 10.2 [7], где показана зависимость от температуры, выраженной в долях температуры плавления, напряжения сдвига τ_k , отнесенного к модулю G для монокристаллов нескольких г.ц.к. металлов, отличающихся значением $\gamma_{д.у.}$. Зависимость дана для

момента, отвечающего концу равномерного удлинения образца, еще не сопровождающегося локальным уменьшением площади поперечного сечения.

Четко проявляется наличие двух температурных интервалов: одного до $\leq 0,5 T_{пл}$ и второго выше $\geq 0,5 T_{пл}$. Разница в поведении нескольких металлов, особенно в интервале температур ниже $0,5 T_{пл}$, очевидна. Отношение τ_k/G тем больше, чем меньше энергия $\gamma_{д.у.}$, т.е., чем больше ширина расщепленных дислокаций и, следовательно, труднее идут процессы поперечного скольжения дислокаций, контролирующие динамический возврат.

Эта корреляция дает основание предполагать, что первый температурный интервал связан с динамическим возвратом. Авторы [7] подтвердили справедливость этого предположения. При температурах выше $0,5 T_{пл}$ становится заметным вклад диффузионного переползания дислокаций, благоприятствующего активному протеканию полигонизации и началу динамической рекристаллизации.

Такой вид кривых, видимо, позволяет физически отнести к холодной и теплой деформации такую деформацию, для которой процессом, контролирующим динамическое разупрочнение, является поперечное скольжение. К горячей деформации следует относить деформацию при условиях, когда динамическое разупрочнение контролируется процессами диффузионного переползания дислокаций и динамической рекристаллизации.

Более глубокому пониманию сущности процессов, протекающих в случае деформации при повышенных температурах, способствует параллельное изучение зависимостей напряжение — деформация (диаграмм деформации или кривых упрочнения) и структурных изменений на разных стадиях деформации для разных температур и скоростей деформации. Важное требование при подобных исследованиях — сохранение постоянной скорости деформации $\dot{\epsilon}$ в процессе испытания.

При обычных испытаниях растяжением или осадкой, как правило, постоянна скорость перемещения инструмента. В результате с изменением длины образца истинная скорость деформации в ходе процесса или уменьшается (деформация растяжением), или увеличивается (деформация осадкой). Чтобы обеспечить постоянство истинной скорости деформации,

необходимы специальные испытательные машины. Истинная скорость деформации $\dot{\epsilon}$ определяется из зависимости:

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{d\tau} = \left[d \left(\ln \frac{L}{L_0} \right) / dL \right] \frac{dL}{d\tau} = \frac{v}{L}, \quad (10.3)$$

где L_0 и L — начальная и текущая длина (высота) образца; $\epsilon = \ln(L/L_0)$ — истинная деформация; v — скорость перемещения инструмента.

Примерный диапазон скоростей деформации для наиболее широко используемых процессов обработки давлением составляет, с^{-1} :

Прокатка	$1-10^2$
Прессование	$10^{-2}-10$
Штамповка на гидравлических прессах	$10^{-2}-10^2$
Ковка на молоте	$10-10^3$

Наличие установившейся стадии на диаграмме деформации и возможность протекания динамической рекристаллизации при температурах $\geq 0,5 T_{\text{пл}}$ за счет большой диффузионной подвижности определяют выделение области горячей деформации. Будет или нет проходить динамическая рекристаллизация, определяется соотношением времени достижения критической степени деформации или напряжения (вернее, критической плотности дислокаций) и временем начала рекристаллизации [1]. Кинетику процесса определяет скорость миграции границ.

В условиях теплой деформации существует широкая область скоростей и степеней деформации, когда аннигиляция дефектов поддерживает равновесие между упрочнением и разупрочнением, обеспечивая равномерность деформации и сохранение созданной ячеистой или субзеренной структуры.

Повышенные температуры деформации обеспечивают большую, чем при холодной деформации, пластичность большинства металлов, а высокие плотности дислокаций, сгруппированных в устойчивые построения и субграницы, — высокую прочность после деформации и большую термическую стабильность упрочнения.

10.2. Диаграммы деформации и структурные процессы в сплавах

Для технически чистых металлов и сплавов следует учитывать более интенсивное при повышенных температурах взаимодействие дислокаций, вводимых деформацией, с атомами примесей, которые приводят к изменению структурных процессов и диаграмм деформации. Температурная зависимость критического напряжения сдвига для монокристаллов сплава тем сильнее, чем выше концентрация примеси (легирующего элемента), правда, в некоторых случаях зависимость может четко проявляться при определенных, обычно высоких, концентрациях.

Повышение прочности твердых растворов в сплавах при легировании (твердорастворное упрочнение) может быть обусловлено: повышением сил трения твердого раствора за счет растворенных атомов легирующих элементов; блокировкой дислокаций атмосферами (облаками) из атомов примесей. При этом следует различать влияние легирования на свойства твердых растворов со статистически беспорядочным расположением атомов (неупорядоченные твердые растворы) и с периодически определенным расположением атомов (упорядоченные твердые растворы).

Взаимодействие дислокаций и атомов примесей

Влияние атомов примесей (легирующих элементов) в твердых растворах на изменение критического напряжения сдвига, на температурную зависимость предела текучести и на диаграмму деформации, определяется различного типа взаимодействиями дефектов, в первую очередь дислокаций, с атомами примеси (упругое, электрическое, химическое, геометрическое).

Трение решетки. Первичной составляющей предела текучести твердого раствора является напряжение Пайерлса–Набарро, которое определяется свойствами решетки. Это минимальное напряжение, необходимое для движения краевых дислокаций в кристалле. Приблизительно оно имеет вид:

$$\sigma_{П-Н} = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(-\frac{4\pi\xi}{b}\right), \quad (10.4)$$

где ξ — полуширина дислокации ($\xi \approx d/2(1-\nu)$).

$$\text{Тогда } \sigma_{\text{п-н}} = \frac{2G}{1-\nu} \exp\left(-\frac{2\pi}{1-\nu} \cdot \frac{d}{b}\right), \quad (10.5)$$

где d — межплоскостное расстояние.

При легировании происходит увеличение сил трения вследствие взаимодействия растворенных атомов легирующих элементов с дислокациями.

Согласно теории Мотта–Набарро, атомы растворенного элемента вызывают появление внутренних искажений, создающих препятствия на пути движущейся дислокации. Величина этих искажений определяется общим параметром несоответствия, складывающимся из деформации несоответствия $U_{||}$ размеров атомов растворенного элемента и растворителя (дилатацией решетки растворителя) и деформации ϵ_G несоответствия упругих модулей (ΔG -эффекта).

Упрочнение при образовании твердого раствора оказывает пропорциональным общей деформации ϵ и концентрации примеси $c - \epsilon^{4/3} c$.

Расстояние между полями напряжений (искаженными объемами, в которых размещены отдельные атомы примесей или их группировки) определяет длину волны, которая вызывает изменение радиуса кривизны движущейся дислокационной линии. Эта длина волны в случае неупорядоченных твердых растворов определяется уравнением $\Lambda = a c^{-1/3}$, где a — межатомное расстояние.

Напряжение течения, вычисленное по формуле $\tau_0 = 2,5 G \epsilon^{4/3} c$, оказалось в хорошем соответствии с экспериментально найденным значением предела текучести ряда твердых растворов на основе меди.

Механизм Мотта–Набарро объясняет не только упрочнение при образовании твердых растворов, но и дисперсионное твердение, рассматривает взаимодействие дислокаций с атомами примесей как в случае их беспорядочного распределения, так и при образовании группировок.

При наличии скопления атомов растворенных элементов на плоскости скольжения будут наблюдаться сильно искаженные участки, отстоящие друг от друга на расстояния, зависящие от развития процесса дисперсионного твердения. При перемещении дислокация будет изгибаться, огибая эти участки.

Предел текучести должен меняться в зависимости от расстояния между искаженными участками (полями напряжений), имея минимальное значение при беспорядочном расположении атомов примесей, когда расстояние между полями напряжений составляет всего несколько атомных периодов, и дислокация, перемещаясь, остается почти прямолинейной.

Соппротивление деформации сплава, упрочненного дисперсионным твердением, достигает максимума при оптимальном расстоянии между скоплениями, когда кольца дислокаций, образующихся вокруг скоплений (частиц), перекрывают межчастичные расстояния, что определяет эффективное торможение движения дислокаций через кристалл.

Наконец, предел текучести снова падает до минимума, когда скопления (частицы) расположены слишком далеко друг от друга (произошла их коагуляция или частичное растворение) и дислокации без существенных затруднений проходят через значительные по величине межчастичные участки кристалла, свободные от тормозящего влияния полей напряжений.

Возможность огибания скоплений (частиц выделения) дислокациями основана на расчете радиуса кривизны r , до которой может быть изогнута дислокация: $r = Gb/\tau$, где b — вектор Бюргерса; τ — напряжение в дислокационной линии.

Наибольшее упрочнение, как было сказано выше, получается, когда среднее расстояние между скоплениями (частицами), $\Lambda = r$. В этом случае каждый дислокационный сегмент длиной Λ должен преодолевать область между скоплениями (частицами), в которой действуют напряжения, препятствующие его продвижению.

Если напряжение, возникающее в результате образования скопления (частицы), по подсчетам Мотта-Набарро определяется выражением $\tau = G\epsilon f$, где ϵ — результирующая деформация от образовавшихся скоплений (частиц); f — часть объёма сплава, занятая скоплениями атомов примесей, то в случае $\Lambda = r$ в дислокационном сегменте должно возникнуть напряжение τ' , равное или даже несколько большее τ :

$$\tau' = (Gb)/r = (Gb)/\Lambda \approx G\epsilon f, \quad \Lambda \approx b/\epsilon f.$$

Для обычных значений, входящих в формулу величин, значение Λ составляет 50...100 атомных периодов. Действительно,

при таком расстоянии между скоплениями атомов примесей или когерентно связанными с матрицей частицами выделений наблюдается максимальное упрочнение склонных к дисперсионному твердению сплавов.

Атмосферы. В результате взаимодействия дислокаций с примесями возможно образование сегрегаций (атмосфер) вокруг дислокаций. Обычно рассматривают три вида атмосфер: Коттрелла, Снука и Сузуки.

Атмосферы Коттрелла обусловлены упругим взаимодействием примесей и полей напряжений дислокаций. Концентрация атомов примесей в атмосфере $c = c_0 \exp(-U/kT)$, где c_0 — средняя концентрация атомов в твердом растворе; U — энергия связи положительной краевой дислокации с примесным атомом; k — константа Больцмана; T — температура. При $c = 1$ атмосфера насыщена: $U = U_{\max}$; $T_n = U_{\max}/k \ln(I/c_0)$. Выше этой температуры атмосфера рассасывается, ниже — зависит от времени, так как процесс диффузионный.

В сплавах железа основные примеси — углерод и азот, их атмосферы устойчивы до 400 °С. Атомы замещения при комнатной температуре не могут дать устойчивых атмосфер из-за малой скорости диффузии. В сплавах цинк — медь возможно образование атмосфер цинка.

Образование насыщенных атмосфер зависит от плотности дислокаций. В железе концентрации $(C + N) = 10^{-3} \dots 10^{-4} \%$ достаточно для насыщения дислокаций плотностью $\rho = 10^7 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$, а $(C + N) \leq 0,2 \%$ достаточно для закрепления дислокаций плотностью $\rho = 10^{11} \dots 10^{12} \text{ см}^{-2}$. Максимальный радиус атмосферы $\sim 7 \text{ нм}$, $U_{\max} = 0,3 \dots 1 \text{ эВ}$, тогда прирост напряжения $\Delta\tau = Um/b$, где m — плотность дислокаций, одновременно отрывающихся от примесей. Обычно $m \geq 10^4 \text{ см}^{-2}$.

Атмосферы Снука — это упорядоченные сегрегации атомов внедрения в о.ц.к. решетке под действием поля напряжений или примесей замещения в г.ц.к. решетке. Этот поворот наблюдается по резонансному пику внутреннего трения на частоте $\omega \sim 1/\tau$ (Гц), где τ — время одного акта диффузии. Например, при 22 °С на частоте 1 Гц для $\text{Fe}_\alpha\text{-C}$ наблюдается пик Снука. Для тепловой деформации эти атмосферы не имеют практически никакого значения.

Атмосферы Сузуки — это сегрегации примеси (внедрения и замещения) на дефектах упаковки. Энергия связи примеси с

растянутой дислокацией составляет $0,1...0,2$ эВ. Атмосферы Сузуки термически более устойчивы, поэтому имеют наибольшее значение для жаропрочных сплавов.

Рассматривая взаимодействие дислокаций с атомами примесей, можно установить, что существуют два типа такого взаимодействия: статическое, когда затрудняется начало движения дислокаций в связи с их закреплением¹, и динамическое, которое возникает уже в ходе самого процесса движения дислокации, встречающей на своем пути атомы примесей или (что много эффективнее) их скопления.

Исходя из этого, применительно к тепловой деформации целесообразно рассмотреть случай взаимодействия перемещающихся дислокаций и движущихся атомов примесей.

Если атом растворенного элемента оставляет свое место в результате взаимодействия с дислокацией, то он перескакивает лишь на то место, которое имеет более низкую энергию взаимодействия. Выделяющаяся при этом энергия (рассеиваемая колебаниями решетки) либо возмещается из внешнего источника приложения напряжения, либо компенсируется за счет уменьшения кинетической энергии дислокаций.

Так или иначе, миграция атомов в процессе скольжения увеличивает напряжение, необходимое для перемещения дислокаций с данной скоростью.

Таким образом, при постоянном напряжении перемещение дислокаций замедляется в связи с перескоками атомов. Тогда для дальнейших перескоков имеется больше времени, их вероятность увеличивается, вследствие чего происходит еще большее замедление движения дислокаций и т. д. Начавшееся замедление продолжается до тех пор, пока не перейдет в «медленное» передвижение дислокаций вместе с атмосферой.

Однако возможен и другой случай: если напряжение велико, то дислокация будет перемещаться ускоренно, вероятность перескоков, «не поспевающих» за дислокацией атомов примесей, увеличивается. Это означает, что при таком ускоренном перемещении дислокация теряет на возможных перескоках атомов все меньше и меньше энергии, т. е. она будет двигать-

¹ Это определяет тот факт, что когда дислокации отрываются от мест закрепления при приложении достаточно больших внешних напряжений, они продолжают двигаться при более низких напряжениях, при которых двигаются и свободные дислокации.

ся как бы независимо от атмосферы, что обеспечивает «быстрое» перемещение дислокаций.

Таким образом, имеются два интервала стабильных скоростей дислокаций — медленный и быстрый, — разделенных интервалом, в котором перемещение их нестабильно.

При приложении постоянной нагрузки к реальному металлу вначале должно происходить быстрое движение незакрепленных или слабо закрепленных дислокаций. Затем дальнейшая деформация оказывается весьма малой и становится возможной лишь в результате медленного движения дислокаций, сопровождающегося перескоком атомов в новую позицию к переместившейся дислокации. В конечном итоге деформация (перемещение дислокаций) должна вообще прекратиться.

Таким образом, взаимодействие дислокаций с примесями меняет их подвижность. Отрыв дислокаций от одного препятствия может вызвать «цепную» реакцию и обеспечить движение других дислокаций.

В ряде случаев на кривых напряжение—деформация обнаруживаются повторяющиеся пределы текучести; это проявляется при синеломкости малоуглеродистых сталей или как эффект Портевена—Ле Шателъе в нежелезных сплавах. Серия ступенек (рис. 10.3) свидетельствует о том, что напряжение непрерывно колеблется между крайними значениями. По-видимому, перемещение дислокаций тоже изменяется от медленного до быстрого и обратно.

Во время медленной фазы напряжение растет; в конце концов оно становится достаточным для того, чтобы высвободить дислокации, и тогда наступает фаза быстрого пластического течения, распространяющегося по образцу в виде пластической волны. Во время этой фазы напряжение падает, дислокации замедляются, и цикл вновь повторяется. Вследствие

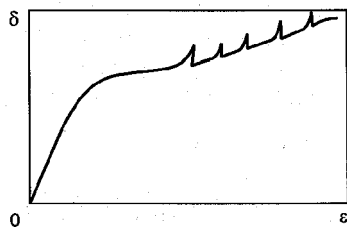


Рис. 10.3. Зубчатая диаграмма деформации

повторяющегося ступенчатого характера поднимающейся кривой напряжение—деформация очевидно, что цикл определяется не абсолютным значением напряжения, а значением, относящимся к мгновенному «напряжению течения», которое непрерывно меняется в процессе испытания.

Например, в алюминиевых сплавах торможение дислокаций вызвано образованием атмосфер Коттрелла [8], которое действует в ограниченном интервале температур и скоростей деформации, характеризующимся определенным параметром Зенера-Холомона Z (смотри ниже). При низких значениях Z (высокая температура и низкая скорость деформации) диффузионная подвижность атомов примеси и атмосфер настолько высока, что не сдерживает подвижность дислокаций. При более высоких значениях Z вследствие низкой скорости диффузии дислокации отрываются от своих атмосфер, и сила торможения падает. Скольжение дислокаций вместе с атмосферами называется вязким, скорость движения дислокаций пропорциональна напряжению. Для алюминиевых сплавов этот интервал соответствует $\lg Z = 8...10$.

Наглядное и практически удобное представление о механизмах структурных и фазовых превращений дают диаграммы (карты) механизмов деформации и структурных состояний после деформации, а также после термической обработки деформированных металлов и сплавов, наиболее подробно рассмотренные и построенные для алюминиевых сплавов в работах Ю.М. Вайнблата [9 и др.].

При пластической деформации сплавов в зависимости от их состава и условий деформации (температуры и скорости) могут возникать разные ситуации:

- неподвижные дислокации и подвижные примеси;
- движущиеся дислокации и неподвижные примеси;
- движущиеся и дислокации, и примеси.

Первый вариант — процесс деформационного старения, второй — отрыв дислокаций от примесей, определяющийся движением дислокаций через неподвижные барьеры, третий — движение дислокаций вместе с атмосферами. Последний случай — это, как правило, повышенные (но ниже температуры рассасывания атмосфер) температуры и пониженные скорости деформации, а также твердые растворы с сильным взаимодействием примесей с дислокациями.

При этом, обсуждая влияние температуры на подвижность примесей и интенсивность их взаимодействия с дислокациями, а отсюда на форму кривых напряжение — деформация, нельзя не учитывать те внутрифазовые и фазовые превращения, которые могут быть обусловлены усилением диффузии

атомов примесей при одновременном воздействии напряжений и температуры деформирования.

Когда диффузионные процессы при деформировании метастабильных твердых растворов имеют направленный характер (движение атомов примесей в поле движущейся дислокации), происходит упрочнение в связи с торможением дислокаций. Это явление, близкое к эффекту «восходящей диффузии», обнаруженному и развитому С.Т. Конобеевским, в ряде случаев приводит к тому, что в процессе деформации при соответствующих температурах развиваются как бы начальные стадии старения. Когда диффузионная подвижность атомов позволяет получить определенную степень развития этих начальных стадий старения, наблюдается заметный эффект упрочнения (рис. 10.4, [10]). Естественно, когда исходное состояние сплава стабильное, дополнительного упрочнения не наблюдается, так как отсутствуют процессы распада твердого раствора под действием пластической деформации.

Явление распада твердого раствора в ходе деформации получило название *динамического деформационного старения*. Оно затрудняет аккомодацию зерен при деформации — наблюдается повышение коэффициента Петча K_p , тогда как в чистых металлах или нестареющих сплавах с ростом температуры он падает.

Теплая деформация состаренного сплава может приводить к частичному растворению дисперсных частиц и к увеличению концентрации примесей в твердом растворе, особенно если вза-

имодействие дислокаций с примесями близко или сильнее взаимодействия атомов в частицах.

Как и в чистых металлах, так и в сплавах [11] напряжение на установившейся стадии деформации σ_{ss} является функцией параметра Зенера-Холомона $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$, где Q — энергия активации, для чистых металлов близкая к энергии активации самодиффузии, а для сплавов — превышающая ее; Z — критерий совместного влияния на σ_{ss} температуры и ско-

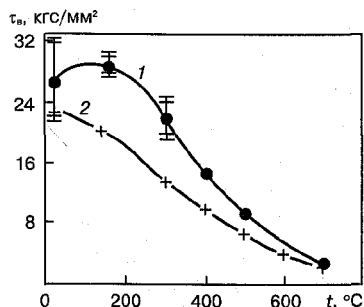


Рис. 10.4. Температурная зависимость предела прочности сплава Ag-Cu:
1 — после отжига; 2 — после закалки

рости деформации. Поэтому, как уже отмечали, существует отчетливая связь между характеристиками структуры и параметром Z . В частности, для теплой деформации, особенно при хорошо развитой установившейся стадии, наблюдается взаимосвязь между размером субзерен $d_{с.з}$ и Z . Для каждого сплава постоянному значению Z соответствуют постоянные значения σ_{ss} и $d_{с.з}$.

Деформационное старение вызывает отклонения от этой зависимости и изменяет плотность дефектов, фазовый состав и структуру, влияет на последующие процессы при нагреве.

Для относительно высоких напряжений при теплой деформации и слабой диффузионной подвижности металлических атомов выполняется соотношение:

$$A_1 \exp(\beta \sigma_{ss}) = \dot{\epsilon} \exp \frac{Q}{RT} = Z. \quad (10.6)$$

Для относительно низких напряжений и высоких скоростей диффузии:

$$A_2 \sigma_{ss}^n = \dot{\epsilon} \exp \frac{Q}{RT} = Z, \quad (10.7)$$

где A_1 , A_2 , n , β — коэффициенты; Q — энергия активации деформации.

Для оценки перехода от условий теплой деформации к горячей, когда возможно протекание рекристаллизации в ходе деформации, используют в качестве критерия условия перехода зависимости между σ_{ss} , $\dot{\epsilon}$ и T от (10.6) к (10.7).

Для многих металлов этот переход происходит при $\lg Z \sim 9$ [12]. Нижней границей применимости уравнения (10.7) является переход от структурных процессов, контролируемых скольжением дислокаций к диффузионным, а верхней границей выражения (10.6) — к низкотемпературному механизму деформации, контролируемому поперечным скольжением дислокаций.

Температурно-скоростные условия разных механизмов деформации для алюминия представлены на рис. 10.5, где выделены области горячей (Г), теплой (Т) и холодной (Х) деформации. Границы областей горячей и теплой деформации находят построением графиков $\lg \sigma_{ss} = f(\lg Z)$ для уравнений 10.6 и 10.7. Первый представляет собой прямую в области теплой

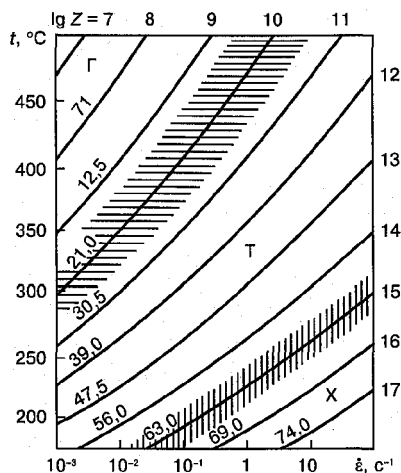


Рис. 10.5. Температурно-скоростные области разных механизмов деформации в алюминии А99 (цифры у кривых — σ_s в кг/мм² (Ю.М. Вайнблат))

деформации (10.6), второй — в области горячей деформации (10.7). В области холодной деформации характерны более слабые зависимости σ_{ss} от $\dot{\epsilon}$ и T и отсутствие установившейся стадии течения.

Нужно отметить, что скорость деформации и температура, при которых не происходит (не начинается) рекристаллизация, взаимозависимы и зависят от степени деформации.

Другим способом оценки перехода от динамического возврата в расширенном толковании, т. е. собственно возврата и полигонизации, к рекристаллизации является сравнение влияния скорости де-

формации на деформационное упрочнение [10], где приведены результаты работ Бюллера и Вагнера по уравнению:

$$\lg K_f = \lg K_{f_0} + n \lg \dot{\epsilon}, \quad (10.8)$$

где K_f — деформационное упрочнение при любой скорости, n — температурно-зависимый скоростной коэффициент. Экспериментальные данные (рис. 10.6, [10]) показали, что с увеличением степени деформации ϵ место перегиба смещается к более низким температурам. В области, где нет рекристаллизации, скоростной коэффициент n уменьшается с ростом ϵ , и наоборот, растет с увеличением ϵ в области перегиба, т. е. в условиях, когда в ходе деформирования протекает рекристаллизация.

Считается, что истинное значение скоростного коэффициента ниже перегиба является мерой скорости возврата и полигонизации, протекающих в ходе теплой деформации.

Величина температуры перегиба, т. е. граничной температуры перехода к рекристаллизации в ходе деформации, определяется не только температурой плавления, но и сопротивле-

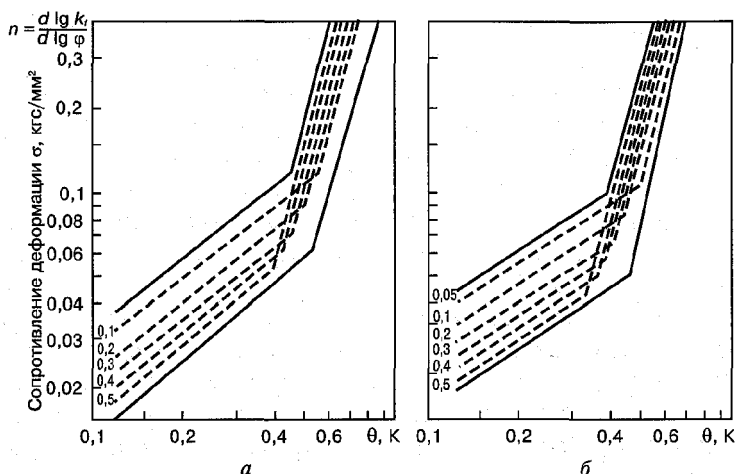


Рис. 10.6. Зависимость скоростного коэффициента n от гомологической температуры θ :

a — цирконий 99,5 %; b — циркаллоу-2 (98,35 % Zr; 1,4 % Sn; 0,06 % Fe; 0,015 % Al).

Цифры у кривых — степень деформации ε

нием деформации (напряжением). Поэтому эта температура для сплавов, как правило, выше, чем для чистого металла; она зависит также от характера легирующей примеси, определяющей изменение дислокационной структуры, формирующейся в результате деформации, диффузионных констант.

Практически важные и распространенные технологические режимы тепловой деформации разработаны для обработки металлов давлением труднодеформируемых металлов и сплавов, термомеханического упрочнения сталей и сплавов. Это низкотемпературная термомеханическая обработка высоколегированных сталей с высокой устойчивостью аустенита с последующими мартенситным или бейнитным превращениями; термомеханическая или механотермическая обработка стареющих, в частности жаропрочных сплавов и ПНП-сталей; обработка с целью получения дисперсного (субмикрокристаллического) состояния металлов и сплавов.

Особое место занимает сверхпластическая деформация (*сверхпластичность*). Возможны два типа сверхпластичности:

- теплая (без обычной рекристаллизации) деформация метастабильных фаз, когда фазовые превращения (полиморфные,

распад фаз) могут вызвать снижение предела текучести и повышение пластичности и привести к проявлению эффекта сверхпластичности;

— деформация, обеспечивающая проявление структурной сверхпластичности дисперсных (мелкозернистых) или субзеренных структур, стабильных в условиях деформации.

В последнем случае большую роль играют межзеренные и межфазные границы, а в ходе деформации, наряду и во взаимосвязи с процессами внутризеренного дислокационного скольжения, развивается межзеренная деформация и происходит перенос вещества за счет движения и перестраивания зернограницных дислокаций.

Предотвращение рекристаллизации обеспечивается отсутствием повышения плотности дислокаций в результате деформации и медленным ростом исходных зерен или субзерен, достигаемым за счет легирования и предварительной подготовки структуры [13–15].

Отдельно могут быть рассмотрены процессы *ползучести* — деформации, определяемой релаксацией напряжений от длительно приложенной нагрузки меньше предела текучести. Диапазон скоростей ползучести в конструкциях: $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \dots 10^{-10} \text{ с}^{-1}$, допустимая степень деформации $\epsilon \leq 10^{-2}$, длительность нагружения (часы — десятки лет), температура эксплуатации — $\leq T_{\text{пл}}$. Структурные процессы соответственно включают наклеп, возврат, полигонизацию и рекристаллизацию, каждый из которых может быть определяющим для различных температур, скоростей, напряжений и времени ползучести. Для разных условий механизмы деформации различны, различны и процессы, определяющие конечную структуру.

Для условий стационарной ползучести при температуре $> 0,3 T_{\text{пл}}$ структура — это система субзерен. Размер субзерен $d_{\text{с.з}} \sim \sigma^{-1}$, плотность дислокаций внутри субзерен много меньше, чем в границах. Угол разориентировки между субзернами сохраняется на всей стадии стационарной ползучести.

В отличие от холодной деформации скорость ползучести поликристалла больше, чем для монокристалла, и растет тем быстрее, чем мельче зерно.

Образование твердого раствора приводит к затруднению ползучести. Механизмы этого затруднения, как и для обычных теплой и горячей деформаций, зависят от природы сплавов и концентрации растворенных атомов.

Было обнаружено [16], что участки полигонизованной структуры с большими и чистыми субзернами обладают более низкой энергией, чем энергия хорошо рекристаллизованных мелких зерен.

Развитие полигонизации обуславливает не только замедление, но в ряде случаев полное предотвращение рекристаллизации¹. Этот эффект сильнее выражен в металлах с о.ц.к. решеткой с высокой энергией дефектов упаковки.

Термическая стабильность структуры полигонизации обусловлена не только снижением свободной энергии металла за счет компенсации упругих полей выстроенных в субграницы дислокаций. Другим важным фактором, определяющим стабильность полигонизованной структуры, является взаимодействие субграниц с примесями, приводящее к блокировке субграниц. Такая блокировка может осуществляться даже при весьма малом содержании примесей [17]. Это используется в технологических операциях МТО и ММТО (одно- и многократная механотермическая обработка), когда проводится полигонизационный отжиг после холодной или теплой деформации [18]. В этом случае достигается предельная температура сохранения субструктуры и субструктурного упрочнения до высоких температур, превышающих обычные температуры рекристаллизации.

Полигонизационная обработка типа МТО позволяет на технически чистом металле получить те же предельные температуры службы, что и на сложнелегированных сплавах, незначительно уступая лишь максимальным температурам службы сплавов типа САП и ТД — никель (табл. 10.1).

Одной из причин существенного повышения предельной температуры сохранения эффекта субструктурного упрочнения является значительное замедление диффузионных процессов в металлах с развитой и стабилизированной структурой полигонизации. Первоначально такое предположение было высказано авторами работы [21] на основе металлографических наблюдений структуры и измерения электропроводности в процессе МТО и высокотемпературной ползучести нержавеющей стали 1Х18Н9, склонной к деформационному старению. Это предположение подтверждено прямыми измерениями [22] диф-

¹Ларинов Л.Н. Автореферат докт. диссертации. Свердловск, ИФМ АН СССР, 1966. — 134 с.

Таблица. 10.1. Сопоставление максимальных отношений предельной температуры службы T_n сплавов, упрочненных легированием, к температуре плавления T_m чистого металла (основы сплава) с отношением T_n/T_m для субструктурно-упрочненных металлов [18]

Металл основы	Характеристика металла	T_n , К	T_m , К	T_n/T_m	Источник
α -Fe	Сложнолегированный ферритный сплав	875	1812	0,48	[19]
	Субструктурно-упрочненное армко-железо	950	1812	0,52	— » —
γ -Fe	Аустенитные стали, содержащие Со	1075	1812	0,59	[19]
	Субструктурно-упрочненная сталь типа 18-8	123	1812	0,62	— » —
Ni	Нимоник 90	1175	1728	0,68	[19]
	ТД — никель	1273	1728	0,73	[20]
	Субструктурно-упрочненный технический никель	1123	1728	0,65	
Al	Сложнолегированный сплав	575	933	0,62	[19]
	САП	675	933	0,72	[20]
	Субструктурно-упрочненный технический алюминий	600	933	0,65	— » —

фузионной подвижности в никель-хромовом сплаве ХН77ТЮ. Определение коэффициента самодиффузии никеля проводили абсорбционным методом с применением радиоизотопа Ni^{63} . В результате упрочнения сплава по схеме МТО скорость диффузии при 800° снизилась с $4,5 \cdot 10^{-12}$ до $2,4 \cdot 10^{-12}$ см/с, т.е. почти в 2 раза по сравнению со скоростью диффузии в сплаве, подвергнутом стандартной термической обработке.

Метод автордиографии [22] показал, что в результате создания субструктуры полигонизации замедление диффузии происходит прежде всего в теле зерен. Эффект снижения диффузионной подвижности коррелирует с эффектом более чем двукратного повышения долговечности сплава в условиях ползучести при 800 и 700°C . Наблюдаемое на опыте повышение термической стабильности полигонизованного металла автор [23] связал с торможением роста субзерен, поскольку он контролируется скоростью объемной диффузии. Резкое замедление диффузионной подвижности при наличии развитой сетки субграниц проявлялось также в повышении температуры рекристаллизации либо в замедлении коагуляции вторичных фаз.

Более подробно процессы ползучести рассматриваются в специальной литературе [напр. 24] и чаще объединяются с рассмотрением горячей деформации, поскольку на практике наиболее опасна ползучесть и важна длительная прочность в условиях повышенных ($> 0,5 T_{пл}$) температур. В этом случае механизмы ползучести и горячей деформации общие.

10.3. Структурные процессы при нагреве после тепловой деформации

Как уже было сказано выше, в ходе тепловой деформации в значительной мере проходят лишь процессы динамического возврата, а в ряде случаев и полигонизации. Кроме того, в сплавах при деформации могут проходить фазовые превращения (старение, частичное растворение избыточных фаз, полиморфные превращения). Поэтому последеформационные выдержки и нагрев вызывают протекание обычных структурных процессов разупрочнения и фазовых превращений, приближающих материал к равновесному состоянию.

Широкий диапазон структурных состояний после тепловой деформации, сильно зависящих от температуры, скорости и степени деформации, определяет последовательность и кинетику последеформационных процессов.

Общей чертой изменения кинетики процессов (по сравнению с холоднодеформированным материалом) является повышение термической стабильности структуры, увеличивающейся с повышением температуры и снижением скорости деформации, в связи с большей релаксацией напряжений уже в ходе деформаций, а в сплавах еще и с закреплением субграниц в результате процессов старения.

Повышенная концентрация точечных дефектов, особенно в случае высоких скоростей деформации, вызывает ускорение протекания постдинамических процессов возврата и старения, проходящих обычно уже в ходе охлаждения. Поэтому последующий нагрев и в этом случае будет связан в основном с дальнейшим развитием процессов полигонизации и рекристаллизации.

Экспериментально установлено [25, 26], что после деформации при повышенных температурах с относительно высокими напряжениями материал содержит сверхнеравновесные ва-

кансии, концентрация которых пропорциональна $\dot{\epsilon}$. Эти вакансии сохраняются некоторое время ($\sim 1...10$ с) после окончания деформации, интенсифицируя диффузионные процессы, что, естественно, ускоряет в первую очередь завершение ворот и процессы старения.

Температура начала рекристаллизации при получении однородной полигонизированной структуры существенно повышается с повышением температуры деформации (рис. 10.7, [27]) и понижением скорости деформации (рис. 10.8, [28]). В меньшей мере влияет степень деформации, если она соответствует установившейся стадии, поскольку на этой стадии структура динамически равновесна, т. е. сформирована в результате динамического равновесия между процессами упрочнения и разупрочнения.

Следовательно, в случае относительно больших степеней деформации изменить эту структуру и эти условия можно лишь путем изменения температуры и скорости деформации. Приведем результаты, полученные авторами [28] для сплава АК8 (40 % Cu; 0,6 % Mg; 0,7 % Mn; 0,70 % Si; 0,25 % Fe, остальное Al).

Термическую стабильность структуры оценивали по температуре начала рекристаллизации сплава t_p и по минимальной степени деформации при нагреве под закалку (500°C , 1 ч),

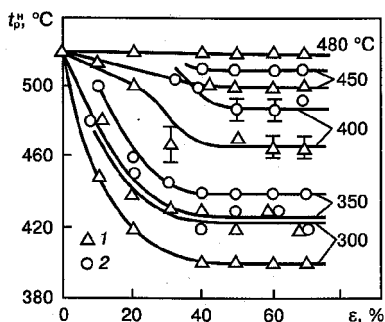


Рис. 10.7. Повышение температуры начала рекристаллизации с увеличением температуры деформации (цифры у кривых): 1 — рекристаллизованная структура; 2 — полигонизованная исходная структура

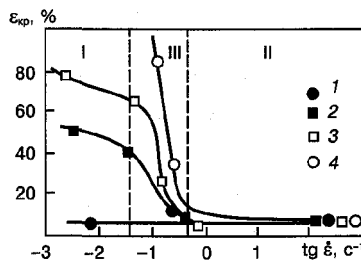


Рис. 10.8. Зависимость критической степени деформации $\epsilon_{кр}$ от логарифма скорости деформации при различных ее температурах. Сплав АК8: 1 — 300°C ; 2 — 380°C ; 3 — 400°C ; 4 — 470°C

после которой начинается рекристаллизация. Эта степень деформации названа авторами критической $\epsilon_{кр}$.

Авторы [28] построили зависимость $\epsilon_{кр}$ от скорости деформации (в логарифмическом масштабе) для различных температур деформации. Такая зависимость для сплава АК8 приведена на рис. 10.8.

Для самой низкой из принятых температур осадки (300 °С) критическая степень деформации оказалась практически не зависящей от скорости прессования, т. е. это случай, близкий к холодной деформации.

Для образцов, деформированных с разной скоростью при более высоких температурах, весь диапазон скоростей можно разделить на три интервала (см. рис 10.8). В интервале I, соответствующем малым скоростям деформации, наблюдается сильная зависимость $\epsilon_{кр}$ от температуры осадки и слабая зависимость от ее скорости. В интервале II, соответствующем высоким скоростям деформации, структура нестабильна и легко рекристаллизуется при последующем нагреве под закалку. При этом нестабильность одинакова для всех режимов осадки в пределах этого интервала, т. е. практически не зависит ни от температуры, ни от скорости деформации. Таким образом, структурообразование в этом интервале сходно с тем, которое имеет место при низкотемпературной (300 °С) деформации и последующем нагреве.

Интервал скоростей деформации III — промежуточный между рассмотренными — наиболее опасен. Для него характерна очень резкая зависимость $\epsilon_{кр}$, а значит, и стабильности структуры как от скорости, так и от температуры деформации. В реальных условиях, особенно когда деформируемые изделия имеют крупные габариты и сложную форму, при деформации всегда возникает градиент скоростей деформации, а часто и температур. В таких случаях режимы деформации, соответствующие интервалу III, неизбежно приведут при последующем нагреве деформированных изделий к образованию зональной разнотекучности и разнотекучности.

По данным [28], применительно к алюминиевым сплавам интервалу скоростей III соответствуют режимы штамповки.

Используя графики, аналогичные приведенным выше, Ю.М. Вайнблат с сотр. [27, 28] построил так называемые обобщенные диаграммы структурных состояний сплавов в функ-

пии скорости и температуры деформации: эти данные дают информацию о структуре сплава непосредственно после тепловой и горячей деформации и структуре деформированных изделий, образовавшейся при последующем их нагреве (рис. 10.9, а, [28]). Область I на рис. 10.9, а соответствует нерекристаллизованной структуре; область III — структуре, рекристаллизовавшейся непосредственно при деформации и охлаждении после деформации (т. е. без последующего нагрева); область II — структуре, претерпевшей рекристаллизацию в ходе последеформационной термической обработки; область IV — смешанной (частично рекристаллизованной) структуре.

Диаграммы структурных состояний могут строиться также для холодной деформации и последующего нагрева (рис. 10.9, б, [29]).

Описанные наблюдения и закономерности справедливы не только применительно к сплавам на основе алюминия, на которых они были установлены.

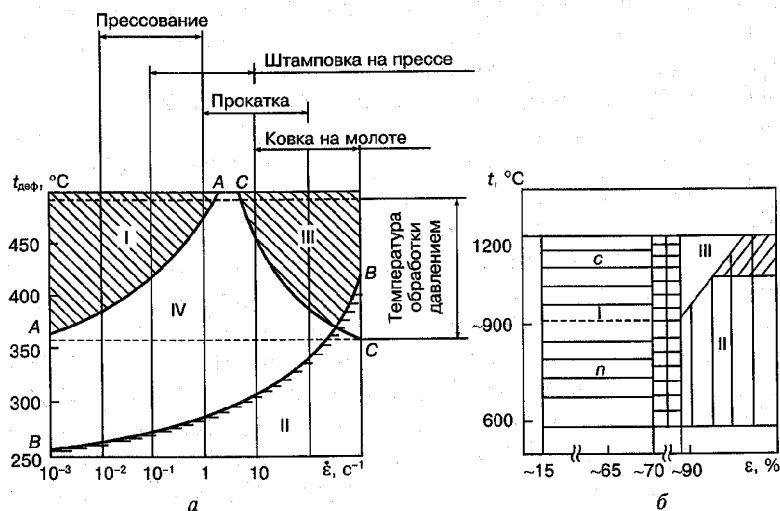


Рис. 10.9. Диаграммы структурных состояний:

а — сплав АМгб после горячей деформации и последующей термической обработки; б — прецизионные магнитные сплавы с г.д.к. решеткой; холодная деформация + нагрев; области I, II, и III соответствуют: I — структуре первичной (n) и собирательной (с) рекристаллизации без ярко выраженной текстуры; II — структуре первичной рекристаллизации с кубической текстурой; III — структуре вторичной рекристаллизации со слабо выраженной текстурой

Теплую деформацию часто осуществляют в температурных интервалах, соответствующих пересыщенному состоянию твердого раствора. В результате деформация, как правило, ускоряет распад. В зависимости от условий деформации распад может протекать с разной степенью полноты и однородности. Если распад был неоднородным, то неоднородными будут и условия роста зерен при последующем нагреве под закалку, сопровождающемся растворением дисперсных частиц, что может создать условия, благоприятные для вторичной рекристаллизации и огрубления структуры.

Использование стабильной полигонизованной структуры для повышения жаропрочности наглядно видно из рис. 10.10 [18].

В соответствии с диаграммой (рис. 10.10) температурная область использования материалов подразделяется на четыре области: дорекристаллизационная — $T \leq 0,4 T_m$, высокотемпературная — $0,4...0,6 T_m$, область сверхвысоких температур — $0,6...0,8 T_m$ и область предплавления температур. В качестве сравнительной характеристики сопротивляемости ползучести взято отношение пределов ползучести, обуславливающих эквивалентную для различных методов упрочнения скорость ползучести (по сравнению с неупрочненным состоянием) при одинаковых температурах службы. При этом предел ползучести неупрочненного состояния принят за единицу.

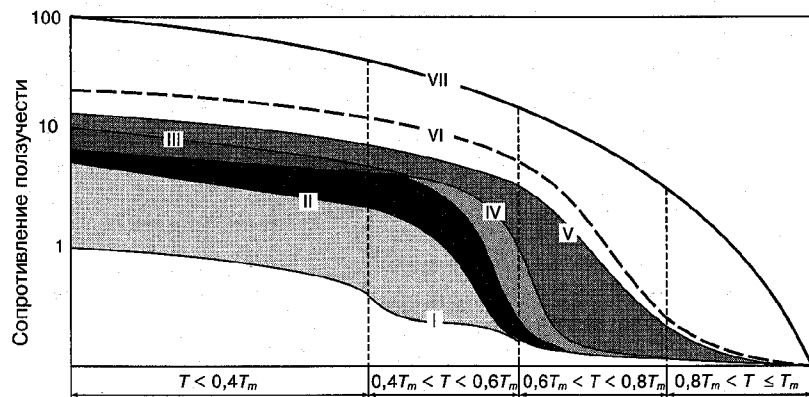


Рис. 10.10. Диаграмма предельной (для различных видов упрочнения) жаропрочности (сопротивление ползучести указано в относительных условных единицах): I — неупрочненное состояние; II, III — субструктурное (субзеренное и ячеистое) упрочнение; IV — дисперсионное упрочнение; V — армирование волокнами; VI — комбинированное упрочнение; VII — теоретическая прочность

Кривая I, показывающая жаропрочность неупрочненного состояния (состояние сплава после стандартной термообработки), характеризуется наличием двух перегибов: в области температур рекристаллизации $0,4 T_m$ и полиморфных (фазовых) переходов — $0,6...0,7 T_m$ для сплавов на основе о.ц.к. металлов. Перегибы соответствуют резкому спаду несущей способности (жаропрочности) материалов в указанных температурных интервалах. В области предплавиных температур жаропрочность неупрочненного материала практически равна нулю.

Кривые II и III на диаграмме характеризуют жаропрочность субструктурно-упрочненного материала, причем в случае II упрочнение достигается созданием термически стабильных структур полигонизации, а в случае III — дислокационных ячеистых структур (обработки типа МТО и ММТО соответственно). В результате субструктурного упрочнения жаропрочность материалов возрастает на порядок и выше. Примечательно, что искусственное создание дислокационных поверхностей раздела типа стабилизированных субграниц позволяет повысить температуру рекристаллизации и тем самым сместить верхний предел служебных температур сохранения несущей способности материалов в область $0,6 T_m$ и выше. Этот эффект проявляется в большей степени в случае о.ц.к. металлов с ячеистой структурой, поскольку температурный переход к рекристаллизованной структуре при нагреве у них сдерживается наличием промежуточной стадии полигонизации.

Область предельных температур повышается еще более при дисперсном упрочнении сплавов (кривая IV), поскольку этот тип упрочнения не связан с созданием в микрообъеме интенсивных деформационных искажений, быстро релаксирующих в области $(0,6...0,7) T_m$. В то же время по способности воспринимать силовую нагрузку дисперсионно-упрочненные материалы не выявляют особых преимуществ по сравнению с субструктурно-упрочненными даже при оптимальном диспергировании естественных (или искусственных) фаз. Высокопрочное состояние в этом случае сохраняется вплоть до температуры растворения фаз, после чего жаропрочность сплава становится эквивалентной неупрочненному состоянию.

Конечно, наибольший эффект повышения жаропрочных свойств основы сплава дает армирование высокопрочными волокнами (кривая V). Сопротивляемость ползучести в этом

случае может быть повышена в 20 раз и более (особенно резкий эффект наблюдается в области сверхвысоких температур): высокопрочное состояние при этом сохраняется в области предплавления температур до тех пор, пока армированная матрица способна передавать нагрузку на несущие волокна. Следует учитывать, что температуры плавления матрицы и армирующих волокон различаются, как правило, в 2–3 раза. Таким образом, создание свободных поверхностей раздела по типу упрочнения армированием обуславливает самое высокое из достигнутых жаропрочное состояние материалов.

Библиографический список к главе 10

1. Штрель М.А. Прочность сплавов: Ч. II. Деформация. — М.: МИСиС, 1997. — 527 с.
2. Michel D.J., Motteff J., Lovell A.J. // Acta Metal. 1975. — V. 21, № 9. — P. 1269–1277.
3. Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1983. — 350 с.
4. Mc Queen H.J., Jonas J.J. // J. Phys. 1967. — V. 45, № 2. — P. 1225–1230.
5. Mc Queen H.J. // J. Phys. 1968. — V. 20, № 4. — P. 51–59.
6. Honeycomb R.W.K., Pethan R.W. // Less-Common Metals. 1972. — V. 28. — P. 201–208.
7. Mecking H., Kirch F. // Recrystallization of metallic materials. Stuttgart, Ed. F. Haessner. 1977. — P. 257–288.
8. Пуарье Х.П. Высокотемпературная пластичность кристаллических тел. — М.: Металлургия, 1982. — 272 с.
9. Вайнблат Ю.М., Клепачевская С.Ю., Ланицман П.Л. // ФММ. 1977. — Т. 44, № 4. — 835 с.
10. Бернштейн М.Л. Структура деформированных металлов. — М.: Металлургия, 1977. — 431 с.
11. Бэкофен В. Процессы деформации. — М.: Металлургия, 1977. — 286 с.
12. Sherby O.D., Burke P.M. // Progr. Mater. Sciencs. 1968. — V. 13. — 325 p.
13. Кайбышев О.А. Пластичность и сверхпластичность металлов. — М.: Металлургия, 1975. — 280 с.
14. Новиков И.И., Портной В.К. Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном. — М.: Металлургия, 1981. — 168 с.
15. Грабский М. Структурная сверхпластичность металлов. — М.: Металлургия, 1985. — 272 с.
16. Chaudron G. // Rev. metallurge. 1954. — V. 51. — 199 p.
17. Шодрон Ж. Сверхчистые металлы. — М.: Металлургия, 1966. — 134 с.
18. Гордиенко Л.К. Субструктурное упрочнение металлов и сплавов. — М.: Наука, 1973. — 224 с.

19. *Мак Лин Д.* Вакансии и точечные дефекты. — М.: Металлургия, 1961. — 197 с.
20. *Самсонов Г.В., Бойко П.А., Онисько Л.Ф.* Металлокерамические материалы и изделия. — Ереван: Изд-во ЕГУ, 1968. — 178 с.
21. *Одинг И.А., Гордиенко Л.К., Фридман З.Г.* // Исследование сплавов цветных металлов. — М.: Изд-во АН СССР, 1963. — Вып. 4. С. 25.
22. *Бокиштейн С.З., Губарева М.А., Кишкин С.Т.* и др. // МИТОМ. 1969. — № 1. С. 3.
23. *Хуан Ху.* Возврат и рекристаллизация. — М.: Металлургия, 1966. — 275 с.
24. *Розенберг В.М.* Ползучесть металлов. — М.: Металлургия, 1967. — 276 с.
25. *Горелик С.С.* Производство и обработка стали и сплавов. — М.: Металлургия, 1960. — С. 381–399.
26. *Armstrong F.E., Green W.V., Sherby O.D., Zukas E.G.* // Acta Metal. 1973. — V. 21. — 1319 p.
27. *Вайнблат Ю.М., Хаяров С.С.* // Физика и химия обработки материалов. 1973. — № 1. С. 69–70.
28. *Вайнблат Ю.М., Ланицман П.Л.* // Технология легких сплавов. 1974. — № 3. С. 12–16.
29. *Афанасьев С.В., Горбачев В.Н., Молотилев Б.В.* и др. // ФММ. 1971. — Т. 31, вып. 2. С. 385–395.

Глава 11

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ

11.1. Динамические процессы структурообразования

Горячая пластическая деформация металлов и сплавов — широко используемый на практике процесс. Он включает в себя деформацию в широком диапазоне температур, степеней и скоростей — от медленной сверхпластической деформации или ползучести до высокоскоростных процессов широкополосной или сортовой прокатки,ковки,штамповки и т. д.

Важнейшим отличием горячей деформации от холодной является то, что непосредственно в ходе горячей деформации в металле одновременно имеют место два конкурирующих процесса — упрочнение и интенсивное разупрочнение. Упрочнение вызывается увеличением плотности дислокаций под влиянием в основном внешних сил. Процессы разупрочнения заключаются в уменьшении плотности дислокаций, а также в их перераспределении с образованием более стабильных конфигураций: малоугловых субграниц и высокоугловых границ зерен. Основными процессами разупрочнения при горячей деформации являются динамическая полигонизация и динамическая рекристаллизация. Динамическая полигонизация (возврат) имеет место и при значительных степенях холодной деформации, обозначая частичное разупрочнение, вызванное поперечным скольжением винтовых дислокаций, которое проявляется в отклонении от пропорциональной зависимости $\sigma-\epsilon$. Мы употребляем термин «динамическая полигонизация», так как она вносит наибольший вклад в формирование субзеренной структуры, хотя до нее и вместе с ней проходит собственно динамический возврат точечных дефектов. В зарубежной литературе чаще используется термин «динамический возврат» как совокупность процессов собственно возврата и полигони-

зации. При горячей деформации динамическая полигонизация протекает практически сразу, уже при очень небольших степенях деформации и сопровождает весь процесс. Вместе с тем разупрочнение при горячей деформации значительнее, вплоть до появления установившейся стадии значений σ в зависимости от степени деформации ϵ , т. е. когда деформация развивается при постоянном напряжении. Это соответствует динамическому равновесию между процессами упрочнения и разупрочнения, а основными структурными процессами при этом являются полигонизация и/или рекристаллизация.

Процессы упрочнения и разупрочнения совершаются во времени. Скорость их существенно и по-разному зависит от многих факторов: температуры, степени и скорости деформации, энергии дефектов упаковки, исходного структурного состояния, фазового состава и др. Поскольку упрочнение и разупрочнение протекают параллельно, степень реализации каждого из этих процессов и, соответственно, вклад в результирующую структуру сложно зависят от перечисленных выше факторов.

Более глубокому пониманию сущности процессов, протекающих в случае деформации при повышенных температурах, способствует параллельное изучение зависимостей напряжение—деформация (σ — ϵ диаграмм деформации или кривых упрочнения) и структурных изменений на разных стадиях деформации для разных температур и скоростей.

Характерной особенностью диаграммы горячей деформации является наличие уже упоминавшейся установившейся стадии по напряжению.

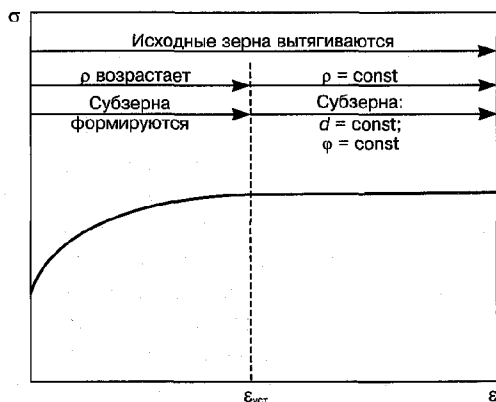
Динамическая полигонизация

1. Основными процессами динамической полигонизации являются поперечное скольжение и переползание дислокаций при горячей деформации. В связи с этим динамическая полигонизация проходит быстро и эффективно в металлах и сплавах с высокой энергией дефекта упаковки, таких, как алюминий и его сплавы, α -железо и ферритные стали, Mo, W, α -Zr, Be, Zn и др. В определенных температурно-скоростных условиях горячей деформации динамическая полигонизация может быть единственным разупрочняющим процессом для материалов с высокой энергией дефектов упаковки.

Введение растворимых добавок уменьшает энергию дефектов упаковки и затрудняет динамическую полигонизацию. Такое легирование может привести к росту напряжения течения при горячей деформации на порядок.

2. Считается общепринятым, что протеканию динамической полигонизации на установившейся стадии деформации соответствует тип диаграммы горячей деформации « σ – ϵ » без выраженного максимума или «пика» напряжения течения при переходе к установившейся стадии (рис. 11.1) [1–3]. На самом деле, можно говорить о вероятности такого соответствия особенно для чистых металлов. Для металлов и сплавов, разупрочняющихся на установившейся стадии деформации в выбранных условиях по механизму динамической полигонизации, действительно, чаще встречается тип диаграммы горячей деформации без «пика» напряжения [4]. При сжатии аустенитной стали 08X18H12T в диапазоне 800...1200 °С и скоростей деформации 10^{-3} ...5 с $^{-1}$ «пика» на диаграммах деформации не наблюдали, а механизм разупрочнения на установившейся стадии изменялся при повышении температуры деформации от динамической полигонизации до динамической рекристаллизации [4]. При аналогичных испытаниях в подобных условиях ферритной стали 08X18T1 механизм разупрочнения изменялся при нагреве подобным образом, а тип зависимости σ – ϵ изменился от диаграммы с «пиком» при низких температурах до диаграммы без «пика» – при высоких [4]. Следовательно, прохождению динамической полигонизации соответствует диаграмма деформации с максимумом. Несоответствие типа кри-

Рис. 11.1. Обобщенная схема структурных изменений при динамической полигонизации: ρ – плотность дислокаций; d – размер субзерен; ϕ – разориентировка субзерен



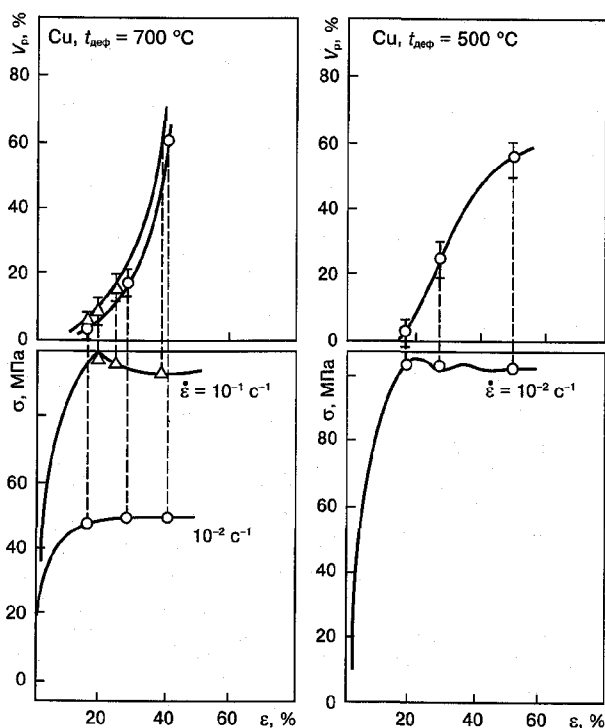


Рис. 11.2. Кинетика динамической рекристаллизации меди при высокотемпературной деформации сжатием

вой σ – ϵ механизму структурного разупрочнения наблюдали и для чистых металлов. Например, при сжатии меди с $t = 700^\circ\text{C}$ и $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ динамическая рекристаллизация развивается на установившейся стадии при отсутствии «пика» на кривой σ – ϵ [4] (рис. 11.2).

3. На начальных стадиях горячей деформации напряжение течения возрастает из-за генерирования дислокаций и их взаимодействия (см. рис. 11.1) [3]. Повышение плотности дислокаций ускоряет процессы динамической полигонизации в ходе горячей деформации. За счет переползания и поперечного скольжения образуются субзерна с малоугловыми границами. На установившейся стадии деформации плотность дислокаций, средний размер и равноосность субзерен, а также средняя разориентировка их субграниц остаются неизменными.

4. На установившейся стадии деформации субзерна остаются равноосными до очень больших деформаций. Равноосность суб-

зерна сохраняется за счет процесса «реполигонизации» — многократной повторной полигонизации, состоящей в рассыпании субзеренных границ и новом их формировании. Под действием напряжения разные малоугловые границы двигаются в различных направлениях, происходит частичная аннигиляция дислокаций в субграницах и взаимодействие субграниц в тройных стыках. Среднее расстояние между субграницами, т. е. размер субзерен на установившейся стадии сохраняется неизменным и зависит только от напряжения течения.

5. Несмотря на то, что средние параметры субзеренной структуры на установившейся стадии деформации сохраняются приблизительно постоянными, нельзя говорить об истинной установившейся стадии микроструктуры в случае динамической полигонизации, так как исходные зерна постоянно вытягиваются в направлении течения и в соответствии со степенью деформации. Исходные границы деформированных зерен локально мигрируют, образуя «языки» или «выступы», которые могут стать зародышами рекристаллизации по механизму Бейли—Хирша (см. гл. 3 и 4)*. Кроме того, растет неоднородность разориентировок субзерен, появляются субзерна с повышенной разориентировкой относительно соседей — потенциальные зародыши рекристаллизации.

6. Размер субзерен d , образующихся на установившейся стадии деформации, связан с деформирующим напряжением σ обратно пропорциональной зависимостью:

$$d = K G b \sigma^{-1},$$

где K — const; G — модуль сдвига; b — вектор Бюргерса.

Чем выше температура и меньше скорость деформации, тем меньше напряжение течения на стадии установившейся деформации, меньше общая плотность дислокаций и больше размер субзерен.

Чем меньше размер субзерна на установившейся стадии деформации, тем выше плотность свободных, не входящих в субграницы дислокаций ρ [3]:

$$\rho_{\text{св}}^{1/2} = C_3 d^{-1},$$

где C_3 — const.

* Bailey J.E., Hirsch P.B. The recrystallization process in some polycrystalline metals // Proceedings Royal Society, Ser. A. 1962. V. 267. N 1. P. 11–30.

Легирование способствует уменьшению размера субзерен на установившейся стадии деформации.

Динамическая рекристаллизация

Исследование процессов динамической рекристаллизации связано с определенными трудностями.

1. В случае горячей деформации не всегда удастся отличить структурные изменения, происшедшие непосредственно во время деформации, от изменений при охлаждении образца после деформации. При горячей деформации со скоростями, обычно применяемыми на практике, достаточно пребывания материала при высокой температуре по завершении деформации в течение долей секунды, чтобы в нем произошли серьезные структурные изменения по сравнению с состоянием сразу после деформации.

Если наличие ориентированного вытянутого исходного зерна после деформации на установившейся стадии можно считать признаком отсутствия рекристаллизации и прохождения динамической полигонизации, то наличие равноосного зерна в тех же условиях не свидетельствует однозначно о протекании динамической рекристаллизации. Равноосное зерно могло образоваться в ходе статической рекристаллизации при охлаждении.

Подтверждением прошедшей динамической рекристаллизации в поликристаллических образцах может служить наличие внутри равноосных зерен деформационной субструктуры (субзерна, искаженные двойники отжига, повышенная плотность дислокаций). Такая субструктура формируется в рекристаллизованных зернах, образовавшихся на ранних стадиях деформации, при ее продолжении.

Поэтому, чтобы установить, что структурные изменения связаны с собственно динамической рекристаллизацией, следует резко охлаждать образцы немедленно после деформации.

2. Во многих практически используемых сталях и сплавах в ходе даже очень быстрого охлаждения после горячей деформации проходят фазовые превращения, что дополнительно затрудняет изучение динамической рекристаллизации.

3. При горячей деформации бывает трудно металлографически отличить исходные зерна от рекристаллизованных, когда размер последних близок к размеру исходных.

Процессы динамической рекристаллизации во-многом подобны процессам статической рекристаллизации, но имеют и отличия, связанные с наложением помимо температуры еще и деформации и напряжений. Целесообразно отметить следующие особенности динамической рекристаллизации.

1. Обычно считается, что прохождению динамический рекристаллизации соответствует тип диаграммы горячей деформации с «пиком» напряжения течения при переходе к установившейся стадии деформации [1, 3]. Это не совсем так. Как уже отмечалось выше, такой тип диаграммы нередко встречается и в случае разупрочнения по механизму динамической полигонизации на установившейся стадии. Можно говорить о том, что вероятность появления «пики» напряжения течения на кривой $\sigma-\epsilon$ в случае динамической рекристаллизации больше, чем в случае динамической полигонизации. Но однозначного соответствия типа диаграмм горячей деформации механизму структурного разупрочнения на установившейся стадии нет. Необходим дополнительный структурный анализ. Только лишь осцилляцию напряжения течения на установившейся стадии деформации можно надежно считать проявлением процесса динамической рекристаллизации.

2. Для начала динамической рекристаллизации необходима критическая деформация ϵ_c . Она соответствует деформации $< \epsilon_{\max}$ (часто считается, что $\epsilon_c = \epsilon$ при $\sigma = 5/6 \sigma_{\max}$), но при расчете чаще всего берут $\epsilon_c = \epsilon_{\max}$. Критическая степень деформации ϵ_c увеличивается с возрастанием скорости и понижением температуры деформации. Увеличение исходного размера зерна повышает ϵ_c . Считают, что при степени деформации ϵ_{ss} , соответствующей выходу напряжения течения на установившуюся стадию, материал рекристаллизован на 100 %. Но это справедливо только для мелкозернистых материалов. В общем случае кинетика динамической рекристаллизации зависит от температурно-скоростных условий деформации и величины исходного зерна конкретного материала, и рекристаллизация исходной структуры может продолжаться далеко на установившейся стадии (см. рис. 11.2).

3. Размер динамически рекристаллизованного зерна определяется напряжением течения:

$$\sigma = kD_R^{-m}; (m < 1; k = \text{const})$$

и увеличивается с повышением температуры и уменьшением скорости деформации.

Роста рекристаллизованного зерна под действием напряжения при горячей деформации не происходит, и средний размер динамически рекристаллизованного зерна на установившейся стадии остается постоянным.

4. Напряжение течения на установившейся стадии деформации и размер динамически рекристаллизованного зерна не зависят от величины исходного зерна. Исходное зерно влияет на кинетику динамической рекристаллизации, которая ускоряется в исходно-мелкозернистых материалах.

5. Основной особенностью динамической рекристаллизации является ее циклический характер. Рекристаллизованное зерно на установившейся стадии вновь деформируется, проходит стадии горячего наклепа, динамической полигонизации и вновь рекристаллизуется, достигнув ϵ_c . Как следствие, в структуре имеются динамически рекристаллизованные зерна со структурой горячего наклепа и динамической полигонизации внутри зерна, а также только что рекристаллизованные — с относительно малой плотностью свободных дислокаций.

Циклический характер динамической рекристаллизации является причиной появления осцилляций напряжения течения на установившейся стадии деформации (рис. 11.3).

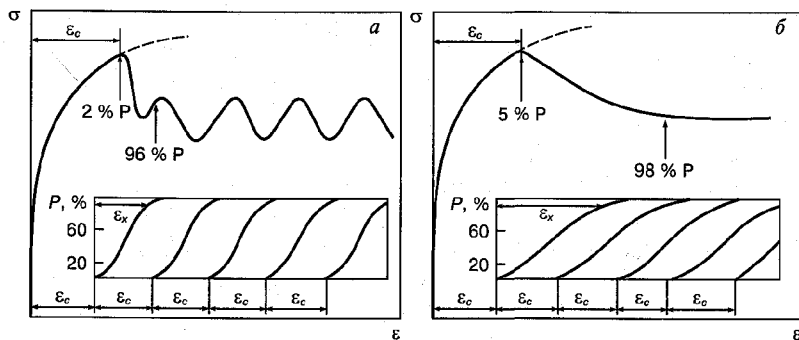


Рис. 11.3. Кривые ϵ — σ для меди при динамической рекристаллизации для случаев $\epsilon_x < \epsilon_c$ (а) и $\epsilon_x > \epsilon_c$ (б). P — доля рекристаллизованного объема

Лутон и Селларс [5] связывают это с соотношением между величинами «критической» деформации ϵ_c , необходимой для начала рекристаллизации и деформации ϵ_x , происходящей в процессе рекристаллизации. При этом они исходят из того, что на стадии рекристаллизации идут одновременно процессы разупрочнения (в тех микрообластях, где наиболее интенсивно шла деформация), а также упрочнения (в соседних менее искаженных микрообластях).

Сказанное делает понятным то, что в случае, когда $\epsilon_x < \epsilon_c$, рекристаллизация идет не непрерывно, а циклически, и соответственно на кривой $\sigma = f(\epsilon)$ проявляются циклы упрочнения и разупрочнения (рис. 11.3, а). Когда же $\epsilon_x > \epsilon_c$, то данный цикл рекристаллизации начинается до полного завершения предшествующего и, поскольку процессы упрочнения и разупрочнения совершаются параллельно, но в разных микрообластях, макроскопическое напряжение течения остается постоянным (рис. 11.3, б). При этом также может возникнуть установившаяся стадия.

6. Механизм зарождения динамически рекристаллизованных зерен такой же, как при статической рекристаллизации. Зарождение часто идет по границам исходных деформированных зерен, т. е. по механизму Бейли-Хирша. Из-за градиента плот-

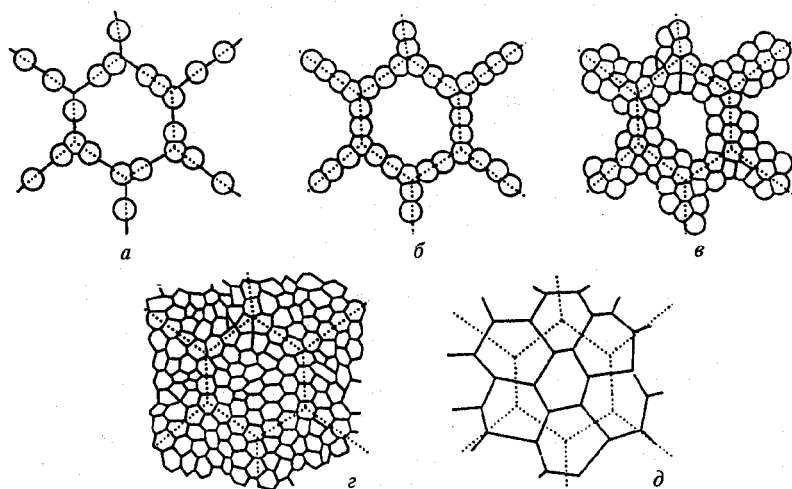


Рис. 11.4. Схема структурообразования в ходе динамической рекристаллизации: а-г — большое исходное зерно; д — мелкое исходное зерно

ности дислокаций по обе стороны от границы зерен во время деформации возникают «выступы», или «языки», которые при определенных обстоятельствах могут стать зародышами рекристаллизации. Следует различать два случая: когда исходное зерно намного больше динамически рекристаллизованного и когда они отличаются не слишком сильно. В первом случае динамическая рекристаллизация протекает постепенно. Сначала рекристаллизация идет по границам исходных зерен (рис. 11.4, а). Когда места зарождения по исходным границам исчерпаны (рис. 11.4, б), зарождение продолжается на границах новых динамически рекристаллизованных зерен (рис. 11.4, в), вплоть до полной рекристаллизации всего деформируемого объема материала (рис. 11.4, г). В случае небольшой разницы размеров исходного и динамически рекристаллизованного зерна все новые зерна появляются практически одновременно, так как достаточно мест зарождения на исходных деформированных границах зерен (рис. 11.4, д).

Т. Сакай и Д. Джонас [6] предположили, что форма кривой σ – ε при динамической рекристаллизации зависит от соотношения размеров исходного D_0 и рекристаллизованного D_p зерна D_0/D_p (рис. 11.5). Если $D_0/D_p > 2$, то структурообразование развивается как показано на рис. 11.4, а–г и кривая σ – ε имеет одиночный «пик» напряжения течения. А когда $D_0/D_p < 2$, рекристаллизация происходит одновременно во всех зернах (рис. 11.4, д), затем деформируется и рекристаллизуется вновь. В этом случае появляются осцилляции напряжения течения на диаграммах горячей деформации.

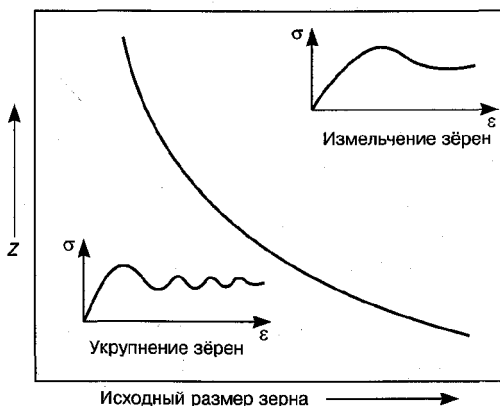


Рис. 11.5. Условия появления одиночных и множественных «пиков» напряжения течения на диаграммах горячей деформации при динамической рекристаллизации

Зарождение по границам исходных зерен характерно для материалов с невысокой энергией дефектов упаковки. Для материалов с высокой энергией дефектов упаковки велика вероятность внутризеренного зарождения по механизму Кана-Бюргерса*, т. е. через «коалесценцию» субзерен. Субзерна «коалесцируют» тем вероятнее, чем больше их размеры и угол разориентации. Когда разориентировка достигнет значения $\sim 15^\circ$, субзерно становится зародышем рекристаллизации. Отличие от процесса статической рекристаллизации по механизму Кана-Бюргерса состоит в том, что коалесцирующее субзерно подвергается продолжающейся деформации, и внутри него происходит динамическая полигонизация. Возникают комплексы субзерен с разориентировкой между собой $10...12^\circ$, внутри которых формируются более мелкие субзерна с разориентировкой субграниц $2...5^\circ$.

Процесс роста субзерен за счет их коалесценции с постепенным увеличением разориентировки субграниц в ряде случаев называют *непрерывной рекристаллизацией* [7] или рекристаллизацией «*in situ*» («на месте») [8]. Этот процесс точнее всего характеризует термин «динамическая собирательная полигонизация» [4, 9], которая в зависимости от условий деформации может перейти в непрерывную рекристаллизацию, а может остаться на стадии динамической полигонизации.

Зарождение динамически рекристаллизованных зерен возможно при сочетании механизмов Бейли-Хирша и Кана-Бюргерса, когда «выступ» на исходной деформированной границе представляет собой комплекс субзерен, образованный на стадии динамической собирательной полигонизации [4, 9]. Это характерно для материалов с высокой энергией дефектов упаковки, таких, как алюминиевые сплавы и ферритные стали.

Для таких материалов возможен еще один механизм динамической рекристаллизации, называемой авторами *геометрической*. Он предложен в 1982 г. Хемфрисом с сотр. [10] и исследован Ю.М. Вайнблатом с сотр. в 1984 г. [11], Мак-Квинном с сотр. в 1985 г. [12] и т. д.

Если при очень большой степени деформации размер субзерна становится равным размеру исходного зерна, то формируется мелкозернистая структура, где размер зерна равен раз-

* Cahn J.W. The kinetics of grain boundary nucleated reactions // Acta Met. 1956. V. 4. P. 449-454.

меру бывшего субзерна (рис. 11.6) [11]. Критическая степень деформации ε_c для динамической геометрической рекристаллизации соответствует [10, 3]:

$$\varepsilon_c = \ln (K_1 D_0 / d_{c3}),$$

где D_0 — исходный размер зерна; d_{c3} — размер субзерна; K_1 — константа.

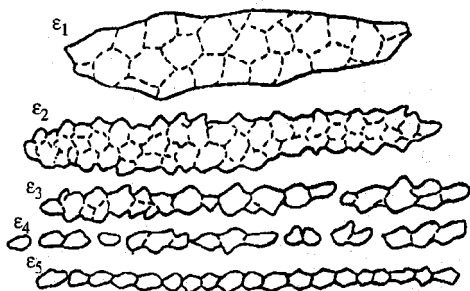
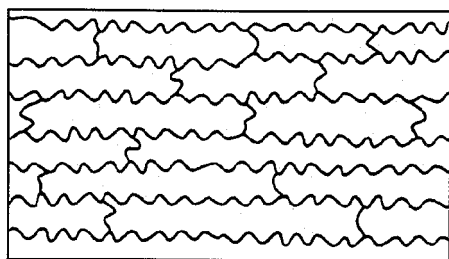
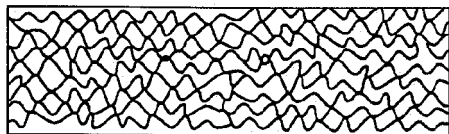


Рис. 11.6. Схема изменения формы зерна при сжатии:

при ε_3 — полная динамическая рекристаллизация; сплошные линии — границы зерен, штриховые — субзерен



а



б

Рис. 11.7. Геометрическая динамическая рекристаллизация:

а — небольшие степени деформации; б — большие степени деформации

Такая рекристаллизация возможна в материалах с высокой энергией дефектов упаковки типа алюминиевых сплавов, где образуются «выступы» на границах зерен, но рекристаллизация не идет из-за высокой стабильности полигонизованной структуры. Часто размер «выступа» соответствует размеру субзерна. Таким образом, мелкозернистая структура при сильной пластической деформации формируется при взаимодействии таких «выступов», когда их величина будет соизмерима с размером зерна (рис. 11.7) [3].

Диаграммы горячей деформации

Структура сталей, формирующаяся непосредственно в ходе горячей деформации, во многом определяет их конечную структуру и

свойства. Кроме того, структурные изменения в процессе горячей деформации обуславливают как изменение деформирующих усилий, так и способность к дальнейшему формоизменению. Первичную, а в случае протекания полиморфного превращения практически единственную информацию о структурных процессах упрочнения и разупрочнения при горячей деформации дают диаграммы горячей деформации в координатах «напряжение — деформация».

Соотношение между упрочнением и разупрочнением, то есть вид диаграммы горячей деформации, в основном определяется скоростью $\dot{\epsilon}$ и температурой (t) деформации, химическим составом (т.е. энергией дефектов упаковки) и исходным состоянием стали (т.е. предварительной обработкой) [4]. Помимо этого существенное влияние на вид диаграммы деформации оказывает характер напряженного состояния.

Как было показано [4], наличие максимума напряжений при переходе к установившейся стадии деформации еще не является доказательством прохождения динамической рекристаллизации, как и отсутствие его не является доказательством прохождения динамической полигонизации. Для выявления преимущественного механизма разупрочнения необходим дополнительный структурный анализ.

Диаграмму высокотемпературной деформации обычно характеризуют следующими параметрами [4] (рис. 11.8):

— $\sigma_{\max}$ — максимальное напряжение течения, при котором достигается равновесие между процессами упрочнения и разупрочнения;

— $\epsilon_{\max}$ — степень деформации, при которой достигается $\sigma_{\max}$;

— $\sigma_{\text{уст}}$ — напряжение течения на установившейся стадии;

— $\epsilon_{\text{уст}}$ — степень деформации, при которой достигается установившаяся стадия;

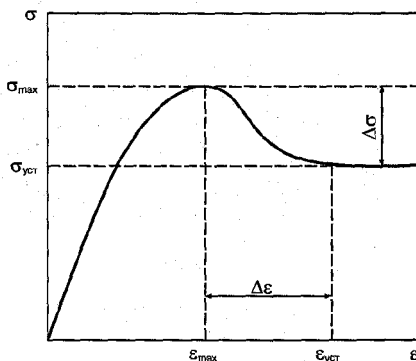


Рис. 11.8. Обозначение параметров диаграмм высокотемпературной деформации

— $\Delta\sigma = (\sigma_{\max} - \sigma_{\text{уст}})/\sigma_{\max} 100\%$ — степень разупрочнения при переходе к установившейся стадии;

— $\Delta\varepsilon = \varepsilon_{\text{уст}} - \varepsilon_{\max}$ — степень деформации, характеризующая переход к установившейся стадии;

— K, n — коэффициент и показатель упрочнения в уравнении $\sigma = K\varepsilon^n$, которым можно описать восходящую часть диаграммы деформации.

Для взаимосвязи напряжения течения, скорости деформации и температуры были предложены различные зависимости. Основным уравнением [1], описывающим данные по ползучести и по горячей деформации на установившейся стадии в широком интервале скоростей деформации и температур, является:

$$\dot{\varepsilon} = A(\text{sh } \alpha' \sigma)^{n'} \exp(-Q/RT), \quad (11.1)$$

где A, α', n' — температурно-независимые константы; Q — энергия активации, связанная с контролирующим скорость процессом разупрочнения.

При низких напряжениях ($\alpha'\sigma < 0,8$) уравнение (11.1) преобразуется в степенную зависимость, подобную используемой при ползучести:

$$\dot{\varepsilon} = A'\sigma^n \exp(Q/RT), \quad (11.2)$$

а при высоких напряжениях ($\alpha'\sigma > 1,2$) — в экспоненциальной зависимости:

$$\dot{\varepsilon} = A'' \exp(\beta\sigma) \exp(-Q/RT). \quad (11.3)$$

Константы α' и n' и связаны между собой $\beta = \alpha' \cdot n'$, так что α' и n' могут быть просто определены из экспериментальных данных для высоких и низких напряжений.

Преобразуя уравнения (11.1), (11.2) и (11.3), можно получить параметр Z — температурно-компенсирующий скорость деформации показатель:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp Q/RT, \quad (11.4)$$

где Z равно $A(\text{sh } \alpha'\sigma)^{n'}$ для уравнения (11.1); $A'\sigma^n$ для уравнения (11.2) и $A'' \exp(\beta\sigma)$ для уравнения (11.3).

Этот параметр, носящий также название параметра Зинера-Холломона во время экспериментов по горячей деформации поддерживается постоянным. Физический смысл параметра: чем больше Z , тем более высокие напряжения течения возникают при меньшем числе термически активированных элементарных актов процесса на единицу деформации. В отличие от многочисленных эмпирических зависимостей, связывающих σ , $\dot{\epsilon}$ и T , предложенное уравнение учитывает физические процессы, контролирующие процесс горячей деформации для материалов с различным химическим составом, а следовательно, и различной энергией дефектов упаковки.

Рассмотрим различные факторы, влияющие на форму и параметры диаграмм горячей деформации. Для простоты будем фиксировать два основных параметра диаграмм: $\sigma_{\max}$, как показатель упрочнения, и $\epsilon_{\max}$, как характеристику скорости разупрочнения.

Влияние схемы напряженного состояния. Напряженные состояния, возникающие в практике горячей деформации в реальных условиях, являются сложными. Моделирование промышленных процессов горячей обработки и построение диаграмм горячей деформации обычно осуществляют при испытаниях на растяжение, сжатие и кручение [4]. Это связано, во-первых, с достаточно однозначной интерпретацией таких диаграмм, что определяется простой схемой напряженного состояния, и, во-вторых, при таких испытаниях легко реализовать изотермические условия. Но при этом надо учитывать особенности изменения параметров диаграмм деформации при использовании различных схем напряженного состояния, так как по ним судят о закономерностях прохождения структурных процессов упрочнения и разупрочнения.

В процессе испытаний на сжатие достигается величина истинной деформации, равная 2,3 (обжатие 90 %). Из-за контактных сил трения между торцевыми поверхностями образца и деформирующими штангами образец принимает «бочкообразную» форму, что означает неоднородность деформации. Контактные силы трения можно почти полностью устранить при помощи смазки и использования образцов с коническими отверстиями.

Особенностями диаграмм горячей деформации кручением являются: во-первых, возможность достижения больших сте-

пней деформации; во-вторых, падение напряжения при деформации $\varepsilon > \varepsilon_{\max}$ (соответствующей $\sigma_{\max}$) со скоростями $\geq 0,5 \text{ с}^{-1}$, обусловленное разогревом образцов в ходе испытаний в третьих, завышенные значения $\varepsilon_{\max}$ вследствие значительной неоднородности деформации по сечению образца. В общем же диаграммы деформации при сжатии и кручении подобны, что позволяет говорить о подобии механического поведения при горячей деформации сжатием и кручением.

Недостатком горячей деформации растяжением является возникающая при относительно небольших степенях сосредоточенная деформация. Растяжение следует использовать в таких температурно-скоростных режимах, чтобы $\varepsilon_{\max}$ достигалась в области равномерной деформации.

При аналогичном общем виде диаграмм растяжения, сжатия и кручения наблюдается различие в численных значениях параметров $\sigma_{\max}$ и $\varepsilon_{\max}$, достигающее 20 %. Величина $\sigma_{\max}$ наибольшая при сжатии, а $\varepsilon_{\max}$ — при кручении.

Влияние состава (приведено на примере стали). Добавление легирующих элементов в сталь по-разному влияет на параметры диаграмм высокотемпературного сжатия. Легирование хромом стали 40 приводит к увеличению $\sigma_{\max}$ и $\varepsilon_{\max}$ (рис. 11.9)

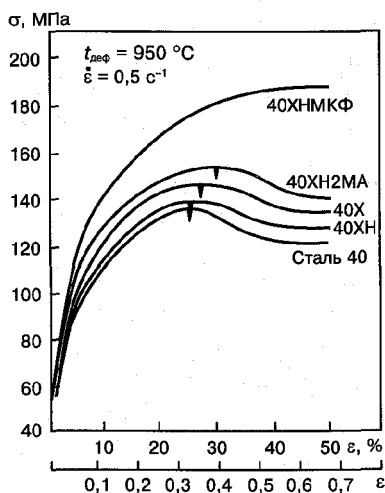


Рис. 11.9. Диаграммы высокотемпературной деформации сжатием конструкционных сталей с 0,4 % С

[4] за счет замедляющейся диффузии в матрице, а также появления в структуре некоторого избыточного количества карбидов хрома. Добавление в сталь 40Х никеля приводит к уменьшению $\sigma_{\max}$ и $\varepsilon_{\max}$ (см. рис. 11.9). Никель, таким образом, в отличие от хрома, способствует развитию процессов разупрочнения при горячей деформации. Легирование стали 40ХН молибденом оказывает, напротив, сильное упрочняющее влияние. Дополнительное легирование кобальтом и ванадием еще больше повышает $\sigma_{\max}$ и замедляет процессы разупрочнения горячедеформиро-

ванного аустенита. В стали 40ХНМКФ после достижения $\sigma_{\max}$ падения напряжения вообще не наблюдается (см. рис. 11.9).

На примере низкоуглеродистых сталей (ст. 3, 09Г2С, 09Г2ФБ) также видно упрочняющее влияние марганца, кремния и особенно микролегирования ванадием и ниобием. Причем в ферритной области это влияние значительно сильнее, чем в аустенитной.

Общая закономерность: Cr, Mo, Co, Mn, Si, V, Nb являются элементами, упрочняющими сталь при высокотемпературной деформации и замедляющими процессы структурного разупрочнения в основном из-за уменьшения коэффициента диффузии и образования карбидов и карбонитридов. Влияние их практически аддитивно. Никель ускоряет процессы разупрочнения в легированной стали.

Влияние исходного структурного состояния. Уменьшение величины исходного зерна, так же как и наличие полигонизованной структуры, в исходном состоянии приводит к более быстрому достижению установившейся стадии, т. е. к уменьшению величины $\epsilon_{\max}$; $\sigma_{\max}$ при этом практически не изменяется. По изменению формы кривой σ - ϵ при повторном нагружении можно судить о структурных изменениях во время паузы при прерывании деформации.

В случае же изменения скорости деформации без разгрузки деформируется структура, сформированная не статически во время паузы, а динамически — в ходе деформации (рис. 11.10) [4].

Предварительно созданная деформационная структура ускоряет достижение установившейся стадии при дальнейшей деформации, т. е. уменьшает $\epsilon_{\max}$, причем тем сильнее, чем выше степень предварительной деформации на не установившейся стадии (рис. 11.11). Структура, созданная на установившейся стадии предварительной деформации, обуславливает постоянство параметра $\epsilon_{\max}$ при последующем нагружении, т. е. постоянную скорость процессов структурообразования (рис. 11.11). Это справедливо для материалов, разупрочняющихся как по механизму динамической рекристаллизации (Ni), так и по механизму динамической полигонизации (сталь 110Х6). При одинаковом изменении температурно-скоростных условий деформации данного сплава скорость структурных преобразований определяется только исходным структурным состоянием.

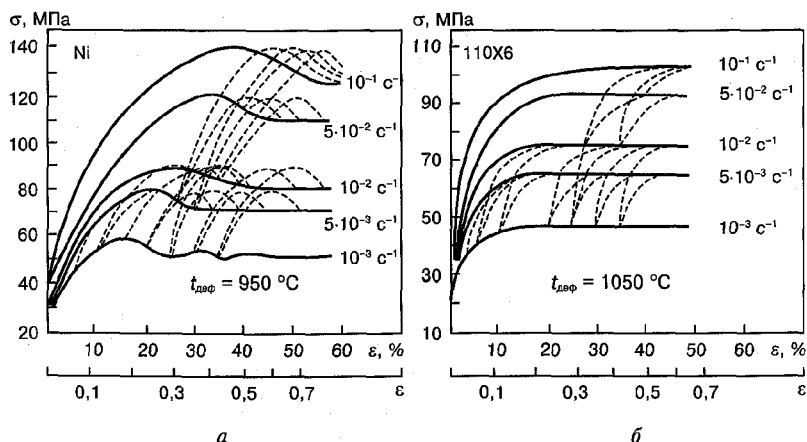


Рис. 11.10. Диаграммы горячей деформации сжатием никеля (а) и стали 110Х6 (б) с изменением скорости в ходе деформации

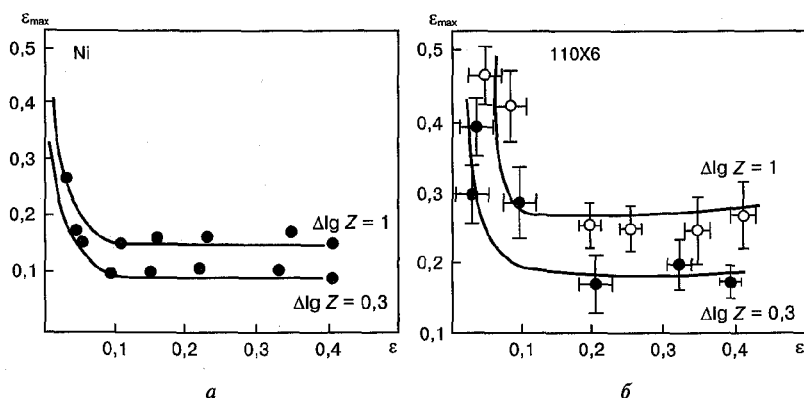


Рис. 11.11. Зависимость параметра ε_{max} диаграмм повторной деформации сжатием при изменении скорости от степени предварительной деформации ε : а — Ni; б — сталь 110Х6

Влияние температуры и скорости деформации. ε_{max} и σ_{max} однофазных материалов увеличиваются с повышением скорости и понижением температуры деформации, т. е. с увеличением параметра Зинера–Холломона $Z = \dot{\varepsilon} \exp(Q/RT)$ [1]. Отклонение от этой классической зависимости наблюдали при наличии частиц второй фазы или структурной составляющей, заметно отличающейся от матричной фазы по твердости и деформируемости.

Характерным примером может быть карбидная фаза в аустените инструментальных высокоуглеродистых сталей и перлит в низкоуглеродистых сталях [4]. В этих случаях при понижении температуры и увеличении объемной доли второй фазы наблюдали сильное деформационное упрочнение и уменьшение $\epsilon_{\max}$. Причем деформация при $\epsilon > \epsilon_{\max}$ приводит к непрерывному падению напряжения течения, обусловленному не только структурным разупрочнением аустенита или феррита, но и сфероидизацией и коагуляцией карбидных частиц.

При деформации низкоуглеродистых сталей в межкуритическом интервале температур $A_{r3}-A_{r1}$ и $A_{c1}-A_{c3}$ наблюдали уменьшение значений $\sigma_{\max}$ относительно классической зависимости $\sigma = f(\epsilon)$ для аустенита, связанное с особенностями деформации двухфазной структуры с различным коэффициентом упрочнения феррита и аустенита.

Влияние выделений второй фазы. Рассмотрим влияние выделения частиц второй фазы на примере выделения карбонитридов в низкоуглеродистых сталях при распаде пересыщенных твердых растворов.

Использовали метод, основанный на механических испытаниях массивных образцов, непосредственно при температурах распада твердых растворов.

Этот метод был впервые использован Вэйсом и Джонасом при высокотемпературной деформации сжатием стали с 0,05 % C и 0,035 % Nb, с 0,06 % C и 0,018 % Nb, а также низкоуглеродистой стали с 0,05 % C [13, 14].

При постоянной температуре и одинаковом размере исходного зерна $\epsilon_{\max}$ зависит от скорости деформации и степени развития процесса распада (рис. 11.12). При отсутствии фаз выделений $\epsilon_{\max}$ монотонно возрастает с увеличением скорости деформации до тех пор, пока температура и исходный размер зерна поддерживаются постоянными.

«Нормальная» зависимость $\epsilon_{\max}$ от скорости деформации характерна для нелегированной низкоуглеродистой стали с 0,05 % C (рис. 11.13). В стали же с содержанием 0,035 % Nb (при том же размере зерна, как и в стали с 0,05 % C) зависимость $\epsilon_{\max}$ от скорости деформации существенно отличается от «нормальной» из-за «динамического» выделения карбонитридов (в ходе деформации). Для этой стали «нормальный» ход

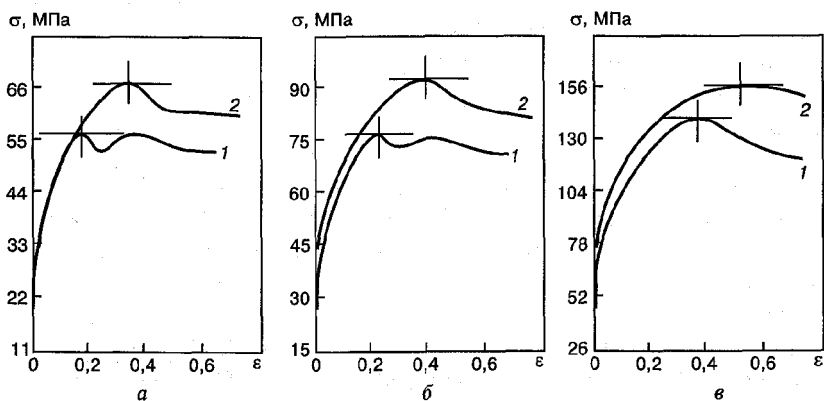


Рис. 11.12. Диаграммы высокотемпературной деформации низкоуглеродистой с 0,05 % С (1) и ниобийсодержащей с 0,05 % С + 0,035 % Nb (2) стали при $t_{\text{деф}} = 925^\circ\text{C}$. Скорость деформации $\dot{\epsilon}$, с^{-1} : а — $3,2 \cdot 10^{-4}$; б — $3,2 \cdot 10^{-3}$; в — $5,4 \cdot 10^{-1}$

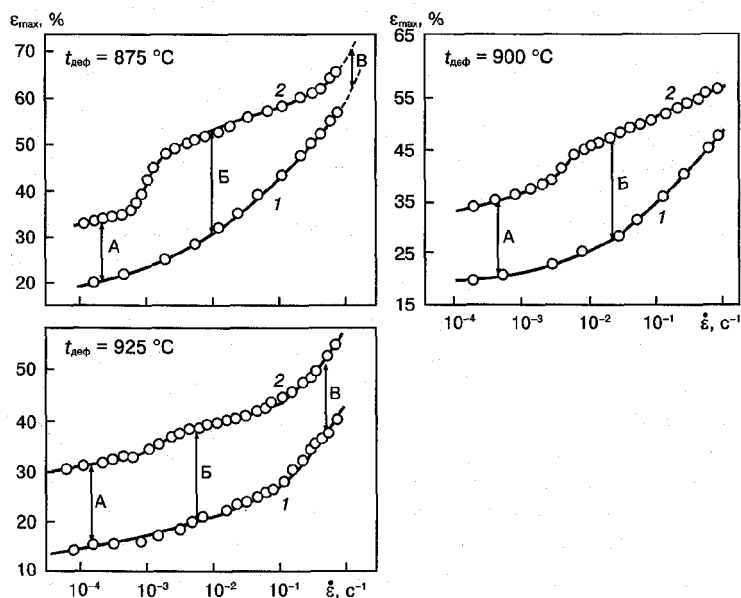


Рис. 11.13. Зависимость ϵ_{max} от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ для низкоуглеродистой с 0,05 % С (1) и ниобийсодержащей с 0,05 % С + 0,035 % Nb (2) стали: А — влияние крупных выделений; Б — влияние мелкодисперсных выделений карбонитридов; В — влияние Nb в твердом растворе

зависимости наблюдается только при относительно высоких и низких скоростях деформации (рис. 11.13).

По различию в механическом поведении при горячей деформации дисперсионно-упрочняемых сталей и сталей, в которых не образуются фазы выделения, можно определять для первых значения P_H и P_K — соответственно начало и конец выделений — и по ним построить кинетические диаграммы, характеризующие процесс выделения. Графически это показано на рис. 11.14, где представлены касательные к кривым, приведенным на рис. 11.13, а [13, 14].

Описанным выше графическим методом были определены соответствующие началу и концу процесса выделения фаз точки A и B в интервале температур 875...975 °С. Время начала P_H и конца P_K выделения определяется как

$$P_H = \epsilon_{\max}^H / \dot{\epsilon}_H;$$

$$P_K = \epsilon_{\max}^K / \dot{\epsilon}_K;$$

где $\dot{\epsilon}_H$ и $\dot{\epsilon}_K$ — скорости деформации, соответствующие точкам A и B ; $\epsilon_{\max}^H$ и $\epsilon_{\max}^K$ — соответствующие степени деформации до максимума напряжения.

Диаграммы динамического выделения фаз представлены на рис. 11.15; там же даны диаграммы выделения карбонитридов в предварительно деформированном и недеформированном аустените [13, 14].

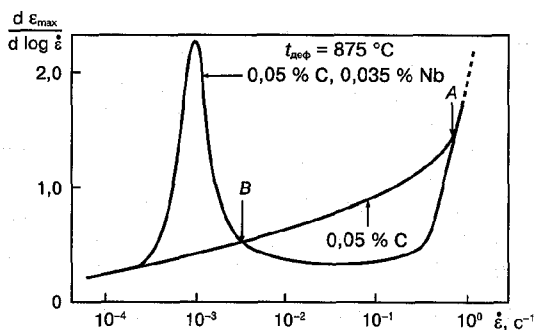


Рис. 11.14. Зависимость $d\epsilon_{\max}/d \log \dot{\epsilon}$ от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ для низкоуглеродистой с 0,05 % С (1) и ниобийсодержащей (0,05 % С–0,035 % Nb) (2) стали

Так как точно определить начало динамической рекристаллизации трудно, то обычно за начало считают $\epsilon_{\max}$, а время начала динамической рекристаллизации R_H рассчитывают как

$$R_H = \epsilon_{\max} / \dot{\epsilon}.$$

Аналогично, время конца первого цикла рекристаллизации R_K определяется по степени деформации $\epsilon_{уст}$, соответствующей началу установившейся стадии:

$$R_K = \epsilon_{уст} / \dot{\epsilon}.$$

Используя R_H и R_K , можно построить кинетическую диаграмму динамической рекристаллизации в координатах температура–время. На рис. 11.16, а показаны такие диаграммы для нелегированной низкоуглеродистой и ниобиевой стали [15]. При наложении кинетической диаграммы, описывающей ход динамически образующихся фаз выделений на диаграмму динамической рекристаллизации становится ясным, что резкое торможение процессов динамической рекристаллизации в ниобиевой стали при $t \approx 900^\circ\text{C}$ обусловлено выделением карбонитридов в ходе деформации.

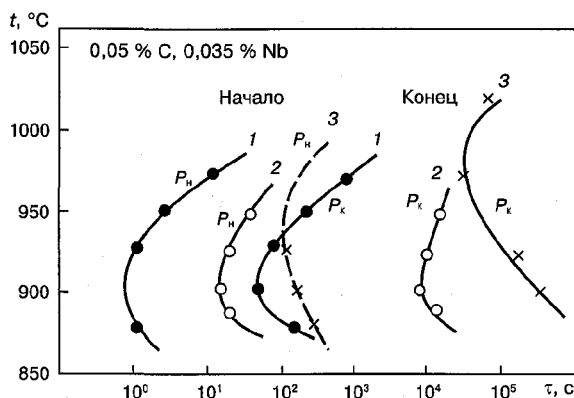


Рис. 11.15. Диаграммы выделения карбонитридов в стали с 0,05 % С и 0,035 % Nb:

1 – в процессе деформации; 2 – в предварительно деформированном ($\epsilon = 5\%$) аустените; 3 – в недеформированном аустените; P_H – начало; P_K – конец распада

Влияние типа кристаллической решетки. До недавнего времени, считали, что выраженный максимум, или «пик» напряжения течения на диаграммах горячей деформации, характерен для материалов с г.ц.к. решеткой, которые вследствие низкой энергии дефектов упаковки разупрочняются на установившейся стадии деформации по механизму динамической рекристаллизации (за исключением Al). В то же время считалось, что о.ц.к. поликристаллы имеют диаграмму горячей деформации без «пика» напряжения и это соответствует прохождению динамической полигонизации на установившейся стадии.

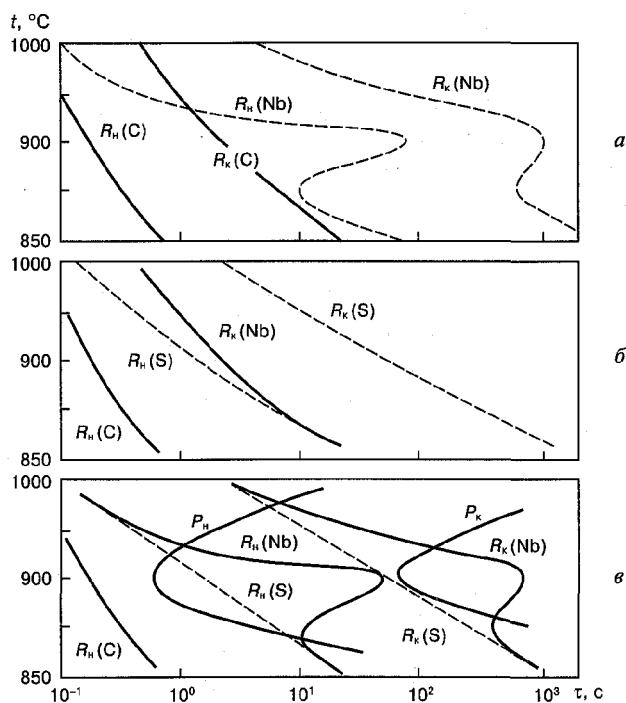


Рис. 11.16. Схемы (а – в) диаграмм динамической рекристаллизации и динамического выделения карбонитридов простой низкоуглеродистой и ниобийсодержащей стали. $R_n(C)$, $R_k(C)$ – начало и конец первого цикла динамической рекристаллизации простой малоуглеродистой стали; $R_n(Nb)$, $R_k(Nb)$ – начало и конец первого цикла динамической рекристаллизации ниобийсодержащей стали при наличии выделений; $R_n(S)$, $R_k(S)$ – начало и конец первого цикла динамической рекристаллизации ниобийсодержащей стали в отсутствие выделений (Nb в твердом растворе); P_n и P_k – соответственно начало и конец выделений

Изучение диаграмм деформации в совокупности со структурным анализом различных классов сталей выявило, что, во-первых, оба типа диаграмм встречаются в сталях с г.ц.к., и с о.ц.к. решеткой. Во-вторых, как г.ц.к., так и о.ц.к. поликристаллы в зависимости от условий деформации (степень, скорость, температура, схема) и исходного состояния (размер зерна, наличие субструктуры) могут разупрочняться и по механизму динамической полигонизации, и по механизму динамической рекристаллизации. В третьих, тип диаграммы горячей деформации не определяет механизм структурообразования на установившейся стадии. Следовательно, для выявления механизма структурообразования наряду с анализом диаграмм деформации необходим структурный анализ.

Таким образом, анализ диаграмм горячей деформации показал, что они могут быть использованы для оценки кинетики процесса структурообразования. Основной количественной кинетической характеристикой диаграммы, соответствующей в первом приближении началу установившейся стадии, когда формируется относительно развитая структура, является $\epsilon_{\max}$. Для получения развитой структуры деформацию надо заканчивать на установившейся стадии при $\epsilon > \epsilon_{\max}$. Установившаяся стадия достигается раньше при уменьшении скорости деформации, легирования, величины исходного зерна, повышении температуры и наличии субструктуры в исходном состоянии.

Карты структурных состояний (КСС) при горячей деформации

Для установления соответствия температурно-деформационных условий прохождению процессов полигонизации или рекристаллизации построены карты структурных состояний в координатах «скорость деформации—температура деформации», в которых показаны области основных процессов структурообразования и количественно характеризующие получаемые структуры (рис. 11.17) [16, 9, 4].

О наличии динамического разупрочнения в ходе горячей деформации судили по форме диаграммы высокотемпературной деформации в координатах σ — ϵ . О механизме разупрочнения (либо динамическая рекристаллизация (ДР), либо динамическая полигонизация (ДП)) судили по комплексному ана-

лизу структуры. Металлографически изучали форму зерен, электронно-микроскопически — наличие и тип субструктуры, с помощью рентгеновской дифракционной микроскопии — начало и полное прохождение динамической рекристаллизации. О динамической природе рекристаллизации судили по наличию развитой субструктуры внутри практически равноосных зерен, по размытию рефлексов от рекристаллизованных зерен, а также по оценке энергии активации горячей деформации. Время от окончания деформации до начала охлаждения составляло < 1 с для сжатия и кручения и ~ 2 с для прокатки, что говорит о малой вероятности значительного развития процессов статической рекристаллизации.

Карта структурных состояний строится для данной степени деформации и величины исходного зерна (см. рис. 11.17). Линия t_1 соответствует температуре начала динамической рекристаллизации, линия t_2 — температуре, соответствующей получению 100 % динамически рекристаллизованной структуры. В области промежуточных температур действуют оба механизма разупрочнения. Основными линиями, количественно оценивающими структуру, являются: D_p — линии равных значений динамически рекристаллизованных зерен; $d_{сз}$ — линии равных значений субзерен; V_p — линии равных долей динамически рекристаллизованных объемов.

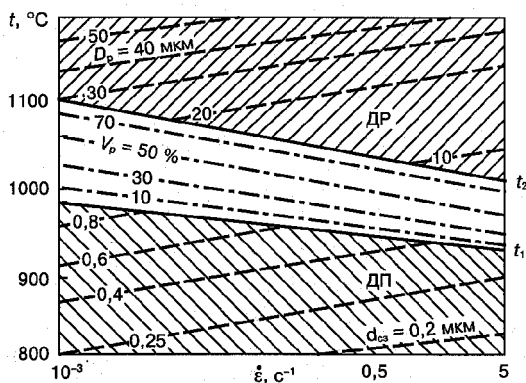


Рис. 11.17. Карты структурных состояний стали типа X18H12T при горячей деформации сжатием ($\epsilon \approx 0,7$) [9, 16, 17]:

— — — — — линии равных значений доли рекристаллизованных зерен (%);
 — — — — — линии равных значений величины рекристаллизованных зерен (D_p)
 и субзерен ($d_{сз}$), мкм

Влияние типа кристаллической решетки. Г.ц.к. решетка. Характерные для г.ц.к. поликристаллов карты структурных состояний при деформации сжатием показаны на примере аустенитной стали X18H12T (см. рис. 11.17) [4, 9].

При $t_{\text{деф}} \leq 900^\circ\text{C}$ на установившейся стадии деформации ($\epsilon \approx 0,7$) наблюдали структуру динамической полигонизации. Металлографический и электронно-микроскопический анализ выявили наличие вытянутых исходных зерен с развитой полигонизованной субструктурой внутри них при всех исследованных скоростях деформации (рис. 11.18). Характер полигонизованной структуры при повышении температуры деформации несколько изменяется. Ориентированные субзерна заменяются на равноосные. Плотность дислокаций уменьшается. Субграницы совершенствуются, практически не изменяя свою разориентировку.

При $t_{\text{деф}} \geq 850^\circ\text{C}$ выявлены зубчатые границы исходных деформированных вытянутых зерен, причем особенно отчетливо при сравнительно низких скоростях деформации. Зубчатость характерна для ранней стадией зародышеобразования при динамической рекристаллизации по механизму Бейли–Хирша. При повышении температуры деформации наряду с исходными вытянутыми зернами наблюдаются равноосные динамически рекристаллизованные зерна.

Температура начала динамической рекристаллизации зависит от скорости деформации: чем выше скорость, тем ниже температура начала рекристаллизации (см. рис. 11.17). С повышением температуры деформации при одной и той же степени деформации доля рекристаллизованных зерен увеличивается. Деформация при температуре выше 1100°C с любой скоростью ($\epsilon \approx 0,7$) приводит к формированию полностью динамически рекристаллизованной структуры.

Признаком динамической природы рекристаллизации служит наличие субзеренной структуры внутри практически равноосных зерен (см. рис. 11.18, д). Существование структуры горячего наклепа, ячеистой и полигонизованной структур свидетельствует о неоднородности тонкой структуры в ходе динамической рекристаллизации: по-разному ориентированные зерна находятся на разной стадии деформации. При большей скорости деформации не только понижается температура начала динамической рекристаллизации, но и сужается интервал тем-

ператур перехода к полностью динамически рекристаллизованной структуре (см. рис. 11.17).

Изучение зеренной структуры конструкционных сталей 30ХГСА, 60С2А, 40ХН2МА, 40ХН, 40Х и Ст. 40 после высокотемпературной деформации сжатием в аустенитном состоянии (г.ц.к. решетка) в интервале $t_{\text{деф}} = 900 \dots 1050^\circ\text{C}$ показало, что

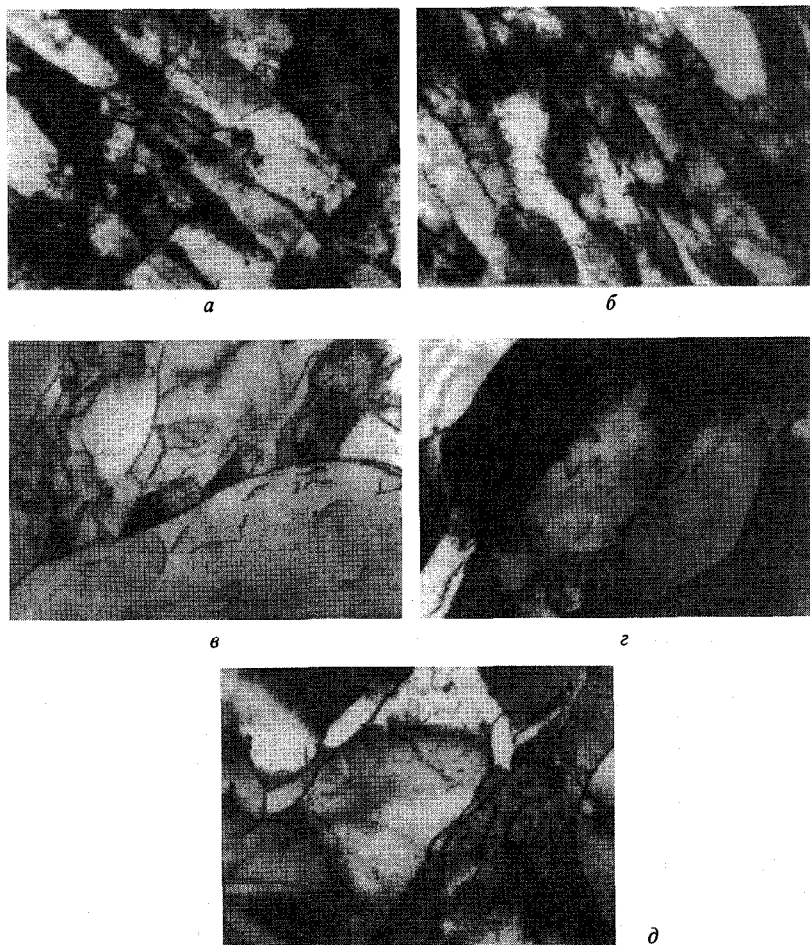


Рис. 11.18. Структура стали X18H12T после горячей деформации сжатием ($\epsilon \approx 50\%$):
а — 850°C , 10^{-3} ($\times 15700$); **б.** — 900°C , 5 c^{-1} ($\times 1100$); **в** — 1050°C , $0,5\text{ c}^{-1}$ ($\times 5000$); **г** — 1100°C , $0,5\text{ c}^{-1}$ ($\times 15700$); **д** — 1150°C , $0,5\text{ c}^{-1}$ ($\times 11000$)

на установившейся стадии при $\epsilon \approx 0,7$ зерно всегда равноосно, в том числе в тех случаях, когда диаграмма деформации не имеет максимума (сталь 40ХНМКФ) (см. рис. 11.9) [4]. Размер рекристаллизованного зерна D_p увеличивается с повышением температуры деформации (например, при деформации стали 40ХН2МА с $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ D_p изменяется от $7,0 \pm 0,5$ мкм при $t_{\text{деф}} = 900^\circ\text{C}$ до $26,7 \pm 1,9$ мкм при $t_{\text{деф}} = 1050^\circ\text{C}$) и уменьшается при увеличении скорости деформации. Зеренная структура изменяется в соответствии со значениями параметра Зинера–Холломоуна $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ в разных условиях горячей деформации данной стали.

При испытаниях на сжатие при $t_{\text{деф}} \leq 850^\circ\text{C}$ (предварительная аустенитизация при 950°C) на установившейся стадии деформации ($\epsilon \approx 0,7$) уже не весь объем занят динамически рекристаллизованными зернами. Часть объема разупрочняется по механизму динамической полигонизации.

Для сталей, закаливаемых на мартенсит, карту структурных состояний горячедеформированного аустенита можно построить, зная диаграммы высокотемпературной деформации и структуру бывших аустенитных зерен.

На рис. 11.19 приведены карты структурных состояний для сталей 30ХГСА и 40ХН2МА при высокотемпературной деформации ($\epsilon = 50\%$) сжатием в изотермических условиях с предварительной аустенитизацией при 950°C (в этом случае $Ar_3 \leq 700^\circ\text{C}$).

Пунктиром нанесены линии равных долей динамически рекристаллизованных (ДР) объемов, штрих-пунктиром — ли-

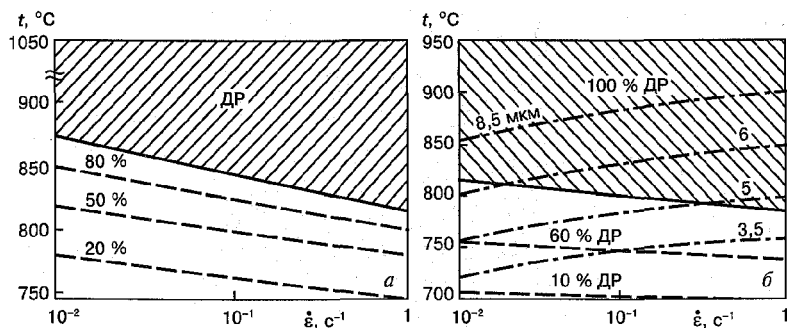


Рис. 11.19. Карты структурных состояний при горячей деформации сжатием: а — сталь 40ХН2МА, $t_{\text{уст}} = 950^\circ\text{C}$, $\epsilon = 50\%$; б — сталь 30ХГСА, $t_{\text{уст}} = 950^\circ\text{C}$, $\epsilon = 50\%$; $D_{\text{исх}} = 8...9$ мкм

нии равных значений величины динамически рекристаллизованных зерен.

О.ц.к. решетка. Последовательность эволюции полигонизованной структуры при повышении температуры деформации в о.ц.к. поликристаллах в основном аналогична рассмотренной в г.ц.к. поликристаллах, только вследствие более высокой энергии дефектов упаковки сходные типы структур формируются при более низких температурах, а при одинаковых температурах размер структурных параметров (рекристаллизованное зерно, субзерно) в феррите значительно больше, чем в аустените.

Сопоставление размера субзерен стали 08X18T1, выявленных электронно-микроскопически, с размером вытравленных объемов субструктуры при обычном металлографическом анализе после горячей прокатки с $\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$ дает следующие результаты: при $t_{\text{деф}} = 800^\circ\text{C}$ — 3 мкм и 6...9 мкм соответственно; при $t_{\text{деф}} = 1200^\circ\text{C}$ — 8 мкм и 20...40 мкм соответственно. Это означает, что по диаметру в металлографически вытравленных объемах субструктуры располагаются от 2-х до 5-ти субзерен. Следовательно, наблюдаемые при обычном металлографическом анализе субзерна на самом деле являются комплексами слабо разориентированных субзерен. Измерение разориентировки между субграницами показало, что, действительно, при коалесценции субзерен образуются более крупные субзерна с большей разориентировкой в субграницах (рис. 11.20). Одновременно внутри этих выросших субзерен идет динамическая полигонизация за счет продолжающейся деформации. При температуре деформации 800°C наблюдали вытянутые комплексы субзерен.

Таким образом, имеет место непрерывное увеличение разориентировки субзерен за счет коалесценции, т. е. процесс динамической рекристаллизации «*in situ*» (по Россару [8]) или процесс непрерывной рекристаллизации (по Дохерти [7]). На наш взгляд, этот процесс является предрекристаллизационным, и его лучше охарактеризовать как динамическую собирательную полигонизацию.

Согласно составленной карте структурных состояний (рис. 11.21), при горячей деформации электротехнических сталей с разным содержанием кремния в широком диапазоне скоростей и температур деформации образуется неоднородная

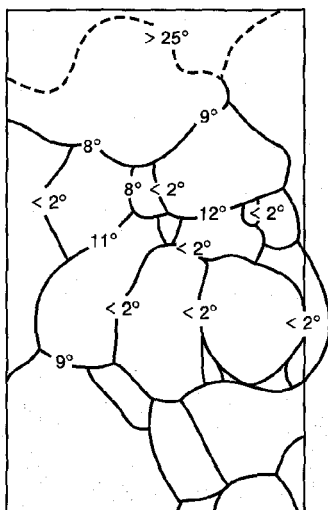


Рис. 11.20. Схема динамической собирательной полигонизации

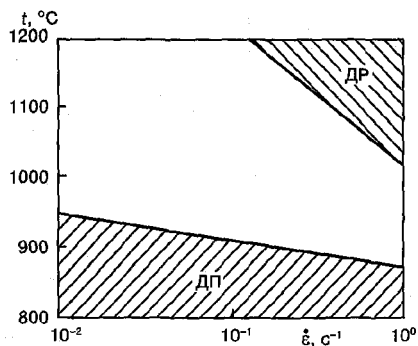


Рис. 11.21. Карта структурных состояний сталей Fe-Si (3...6 % Si) при горячей деформации сжатием ($D_{\text{исх}} = 200$ мкм, $\epsilon = 50$ %)

структура за счет реализации двух механизмов разупрочнения одновременно. Получение полностью динамически рекристаллизованной структуры (см. рис. 11.21) наблюдается в случае высоких температур (> 1100 °C) и скоростей (> 1 с $^{-1}$) деформации, а также при относительно небольшом исходном зерне. Наиболее однородная структура динамической полигонизации в исходных зернах получается при $t_{\text{деф}} < 900$ °C.

Изучение структуры горячедеформированного кручением на установившейся стадии хромистого феррита стали 08X18T1 при $t = 700...1200$ °C и $\dot{\epsilon} = 10^{-2}...5,4$ с $^{-1}$ выявило подобие процессов структурообразования в хромистом и кремнистом феррите (рис. 11.22) [4]. При повышении температуры деформации происходит смена механизма разупрочнения от динамической полигонизации к динамической рекристаллизации, причем особенности и последовательность процессов структурообразования в кремнистом и хромистом феррите одинаковы. Различие в том, что в хромистом феррите аналогичные процессы структурообразования смещены в сторону несколько более высоких температур деформации. По-видимому, это можно объяснить большей эффективной энергией активации горячей деформации для стали 08X18T1, которая соответствует

330,5 кДж/моль против ~ 230 кДж/моль для кремнистых сталей с содержанием от 3,0 до 6,5 % Si.

Наблюдали следующую последовательность характерных процессов структурообразования по мере повышения температуры деформации на установившейся стадии:

— образование вначале вытянутых (рис. 11.22, *а*), затем равноосных субзерен (рис. 11.22, *б*) — процесс динамической полигонизации;

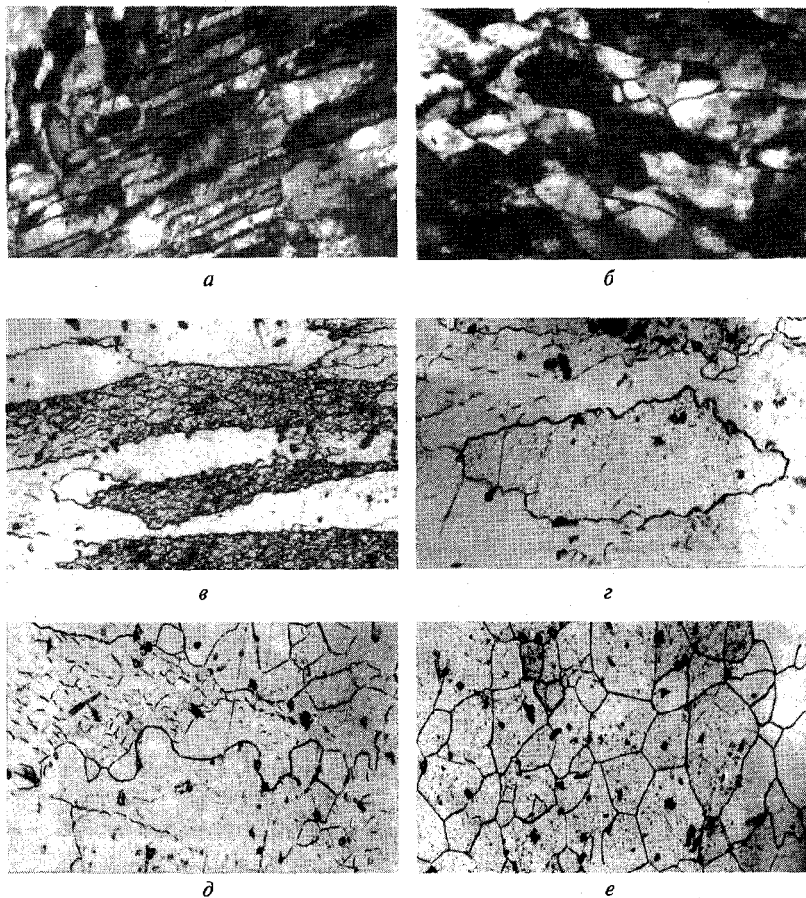


Рис. 11.22. Структура стали 08Х18Т1 после горячей деформации кручением ($\epsilon = \epsilon_{\text{разр}}$; $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ с}^{-1}$) при $t_{\text{деф}}, ^\circ\text{C}$:
а — 700 ($\times 5000$); *б* — 800 ($\times 11000$); *в* — 800 ($\times 150$); *г* — 900 ($\times 150$);
д — 1000 ($\times 150$); *е* — 1100 ($\times 150$)

– образование комплексов субзерен (рис. 11.22, в) – фрагментов субзерен с разориентировкой $10...12^\circ$, внутри которых образуются более мелкие субзерна с меньшей разориентировкой – процесс динамической собирательной полигонизации;

– образование выступов на границах исходных деформированных зерен – начало процесса зарождения рекристаллизованных зерен (рис. 11.22, г);

– зарождение (через образование выступов на границах и коалесценцию субзерен) и рост новых зерен – процесс динамической рекристаллизации (рис. 11.22, д, е).

Анализ процессов структурообразования в феррите выявил значительное развитие процессов динамической собирательной полигонизации по сравнению с аустенитом, а также отличие в механизме зарождения динамической рекристаллизации: в феррите имеет место либо механизм Кана–Бюргерса, либо совмещение механизма Кана–Бюргерса с механизмом Бейли–Хирша.

Таким образом, сравнение карт структурных состояний для г.ц.к. и о.ц.к. поликристаллов показало, что для о.ц.к. поликристаллов, имеющих большую энергию дефектов упаковки, зависимость порога динамической рекристаллизации от скорости деформации значительно сильнее, чем в г.ц.к. поликристаллах, а область существования полностью динамически рекристаллизованной структуры ограничена узкой областью высоких температур и скоростей деформации (рис. 11.17 и 11.23).

Влияние состава стали. При легировании и, особенно, при микролегировании порог динамической рекристаллизации смещается в сторону более высоких температур, а его зависимость от скорости деформации ослабляется (см. рис. 11.24) [17]¹. В основном это определяется выделением из твердого раствора карбидов и карбонитридов при легировании.

При увеличении легирования сталей уменьшаются размеры структурных элементов как при динамической рекристаллизации, так и при динамической полигонизации. Так, при деформации сжатием с $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и $t_{\text{деф}} = 900^\circ\text{C}$ значение D_p для стали 40 составляет $18,6 \pm 1,5$ мкм, для стали 40Х – $11,9 \pm 1,0$ мкм, для стали 40ХН – $11,2 \pm 0,8$ мкм и для стали 40ХН2МА – $7,0 \pm 0,5$ мкм [4].

¹ Добаткин С.В. Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук. – М.: МИСиС, 1990. – 453 с.

При микролегировании ванадием и ниобием измельчение рекристаллизованного зерна аустенита наиболее эффективно, что определяется влиянием твердорастворного упрочнения на процессы диффузии и повышением напряжения течения при деформации, а также образованием высокодисперсных карбонитридов (рис. 11.24) [17].

В изученных пределах варьирования легирующими элементами повышение содержания углерода определяет понижение порога динамической рекристаллизации.

Влияние степени деформации. С увеличением степени горячей деформации на установившейся стадии порог динамической рекристаллизации при данной скорости деформации смещается в сторону более низких температур. Например, при кручении стали 08X18T1, когда схема деформации позволяет

Рис. 11.23. Карта структурных состояний при горячей деформации сжатием ферритной стали 08X18T1 ($D_{\text{исх}} = 150$ мкм, $\varepsilon = 50\%$)

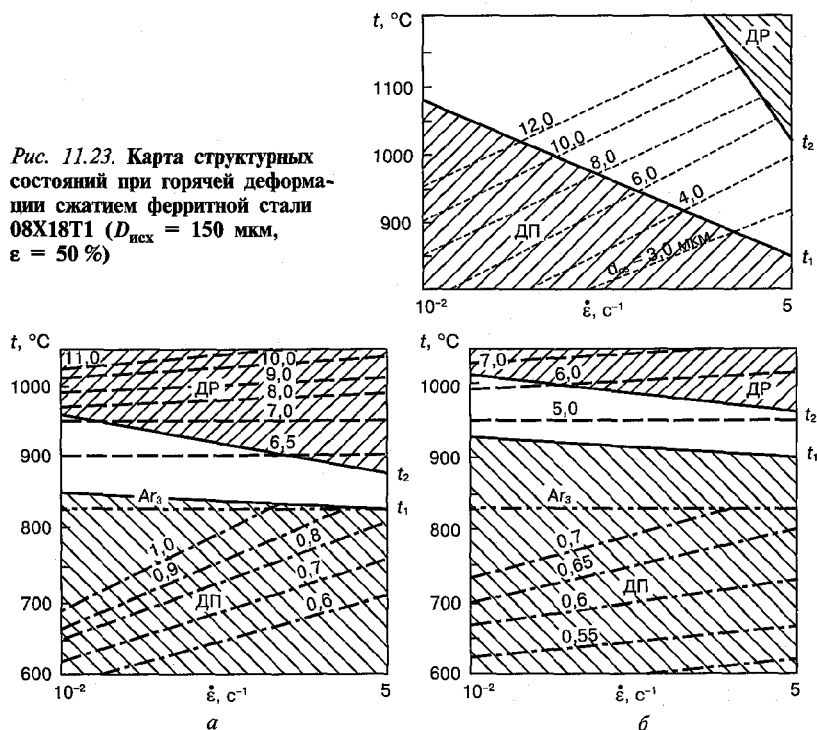


Рис. 11.24. Карты структурных состояний при горячей деформации сжатием с $\varepsilon = 0,5$ сталей 09Г2С (а) и 09Г2ФБ (б). Цифры — размер рекристаллизованных зерен аустенита, мкм и размер субзерен феррита, мкм

достигать значительных степеней деформации, (в нашем случае при $\dot{\epsilon} = 5,4 \text{ с}^{-1}$ и 700°C $\epsilon_{\text{разр}} = 1$, а при 1100°C — $\epsilon_{\text{разр}} = 100$, температурный порог динамической рекристаллизации настолько низок при данной большой степени деформации, что невозможно получить чисто полигонизованную структуру (рис. 11.25, а) [17].

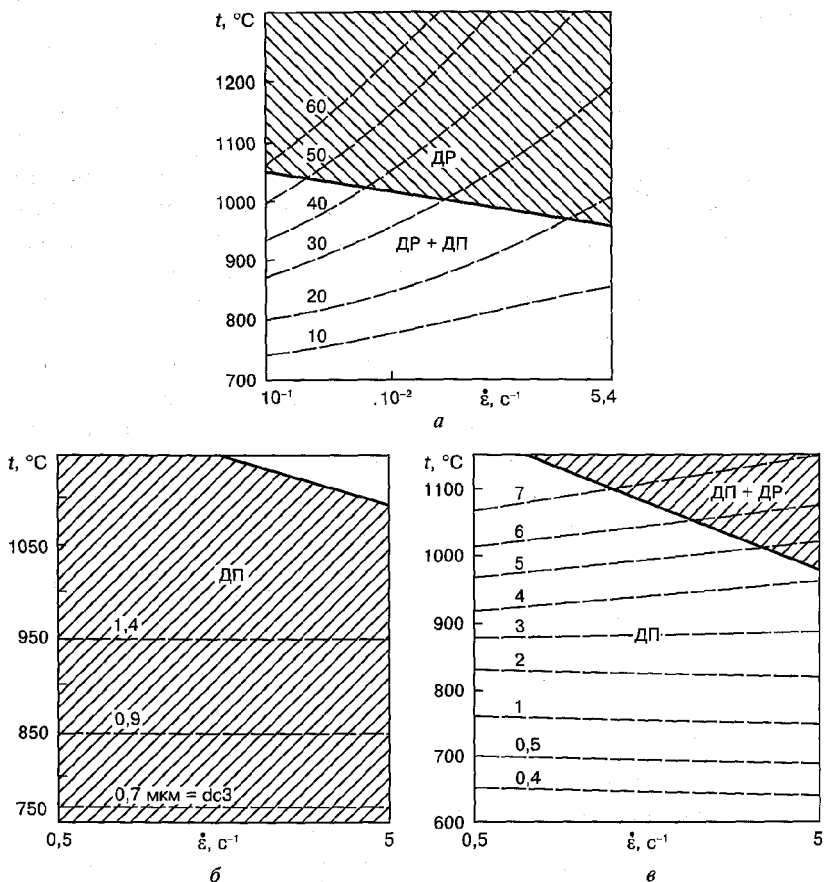


Рис. 11.25. Карты структурных состояний при горячей деформации ферритной стали 08X18T1 ($D_{\text{исх}} = 150...200 \text{ мкм}$):

а — кручение, $\epsilon = 1$ при 700°C ; $\epsilon = 100$ при 1100°C ; б — прокатка, $\epsilon = 0,35$ за один проход; в — прокатка, $\epsilon = 0,8$ за 5 проходов. Штриховые линии — линии равных значений динамически рекристаллизованных зерен (а) и субзерен (б, в), мкм

В реальных условиях прокатки при учете суммарной степени деформации следует учитывать дробность деформации, приводящую к неизотермическим условиям. Построены карты структурных состояний для ферритной стали 08X18T1 при прокатке с обжатием 35 % за один проход, что соответствует обычно деформации в заключительных проходах, и с суммарным обжатием 80 % за пять проходов, что близко к реальному процессу многопроходной прокатки (рис. 11.25, б, в) [17]. Из КСС видно, что полностью динамически рекристаллизованную структуру получить не удалось. В первом случае ($\epsilon = 0,35$) — из-за малой степени деформации, во-втором ($\epsilon = 80\%$) из-за низкой температуры конца прокатки.

Влияние величины исходного зерна. Большая величина исходного зерна обуславливает меньшую площадь зернограницной поверхности и тормозит развитие рекристаллизации вследствие уменьшения числа мест зарождения, что проявляется в смещении границы начала и конца рекристаллизации в область более высоких температур.

Сравнение карт структурных состояний при прокатке стали 40XH2MA для исходно крупнозернистой (рис. 11.26, а, $L_{\text{исх}} = 80$ мкм, $t_{\text{ауст}} = 1100^\circ\text{C}$) и исходно мелкозернистой (рис. 11.26, б, $L_{\text{исх}} = 15$ мкм, $t_{\text{ауст}} = 950^\circ\text{C}$) структуры также показывает, что большая величина исходного зерна задерживает развитие рекристаллизации [4].

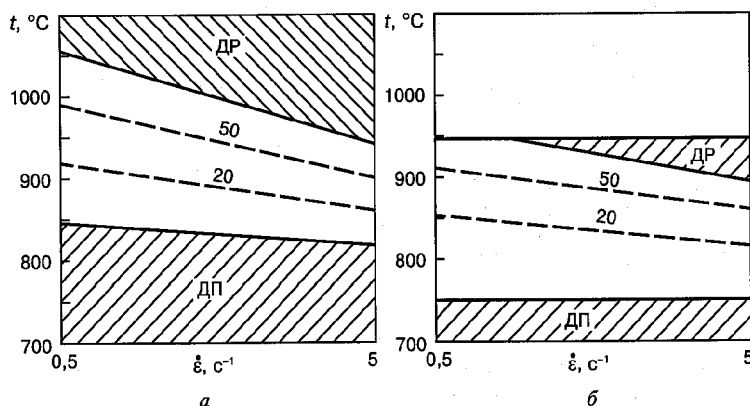


Рис. 11.26. Карты структурных состояний стали 40XH2MA при горячей деформации прокаткой ($\epsilon = 0,5$, обжатие с 16 до 8 мм):

а — $t_{\text{ауст}} = 1100^\circ\text{C}$; б — $t_{\text{ауст}} = 950^\circ\text{C}$

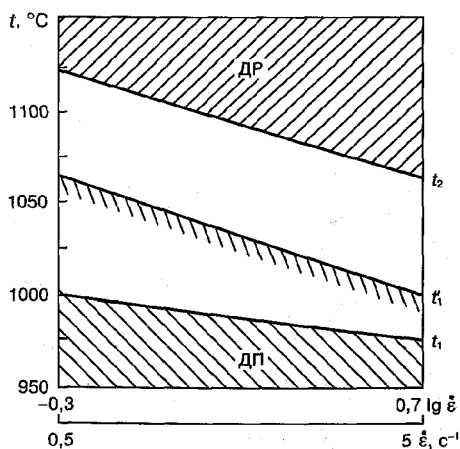


Рис. 11.27. Карты структурных состояний при горячей деформации прокаткой стали типа X18H12T ($\epsilon = 0,7$):

t_1 — температура начала ДР при $D_{исх} = 33,0 \pm 5,7$ мкм; t'_1 — то же при $D_{исх} = 110 \pm 9,8$ мкм; t_2 — температура конца ДР при $D_{исх} = 33,0 \pm 5,7$ мкм

Из карты структурных состояний, построенной для условий горячей деформации прокаткой аустенитной стали X18H12T (рис. 11.27), видно, что вследствие неизотермичности условий (подстуживание в валках) температура начала динамической рекристаллизации (t_1)¹ стали X18H12T с одинаковым размером исходного зерна (около 30 мкм) завышена по сравнению с изотермическим сжатием, причем в большей степени при уменьшении скорости прокатки из-за большего времени нахождения в валках [4].

Увеличение размера исходного зерна в стали затрудняет динамическую рекристаллизацию. Температура начала рекристаллизации (t_1) при прокатке стали X18H12T при увеличении размера исходного зерна от 33 до 110 мкм повысилась примерно на 30 °C при $\dot{\epsilon} = 5 \text{ c}^{-1}$ и на 60 °C при $\dot{\epsilon} = 0,5 \text{ c}^{-1}$. Полностью динамически рекристаллизованной структуры в результате прокатки такой крупнозернистой стали при температурах деформации вплоть до 1200 °C получить не удалось (см. рис. 11.27).

Особенности КСС в гетерофазных сталях. Построены карты структурных состояний аустенита и феррита двухфазных сталей ЭИ811 и ЭИ654 при деформации сжатием на установившейся стадии в интервале $t_{деф} = 700...1200 \text{ °C}$ и $\dot{\epsilon} = 10^{-3}...5 \text{ c}^{-1}$ (рис. 11.28) [17]. При повышении температуры деформации в

¹ На КСС указана не истинная температура деформации, а температура задачи заготовки в валки.

исследуемом интервале как в аустените, так и феррите происходит постепенная смена основного механизма структурообразования от динамической полигонизации к динамической рекристаллизации, причем тем быстрее, чем выше скорость деформации. В ходе деформации феррит стали ЭИ811 рекристаллизуется при более низких температурах, чем аустенит, по-видимому, за счет более мелкого исходного зерна. Так, в стали ЭИ811 при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} динамическая рекристаллизация начинается при 950°C , а в аустените — при 1000°C . Причем для феррита температурный интервал, соответствующий переходу от полной динамической полигонизации к полной динамической рекристаллизации, меньше на 100°C , чем для аустенита (см. рис. 11.28).

Трудность определения температуры начала динамической рекристаллизации и, следовательно, идентификация основного механизма структурообразования при горячей деформации аустенитно-ферритных сталей обусловлена двумя причинами. Первая связана с тем, что динамическая рекристаллизация, в частности в феррите, идет в основном из-за коалесценции субзерен с увеличением угла разориентировки последних, то есть посредством динамической собирательной полигонизации. Трудность состоит в экспериментальном обнаружении перехо-

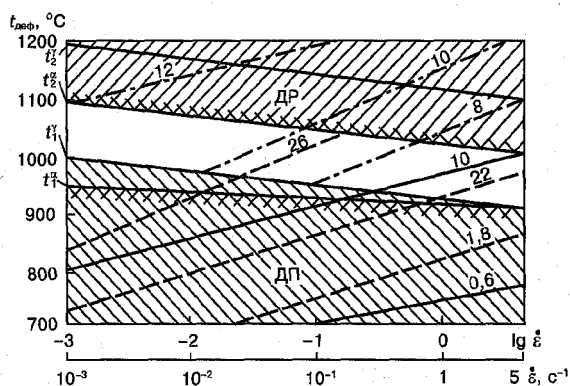


Рис. 11.28. Карта структурных состояний при горячей деформации сжатием стали ЭИ811 ($\epsilon = 0,5$):

t_1^α , t_1^γ — температуры начала ДР в α - и γ -фазах; t_2^α , t_2^γ — температуры 100%-го прохождения ДР в α - и γ -фазах; ——— — линии равных значений размеров субзерен феррита $d_\alpha^{\text{сз}}$; ——— — линии равных значений размеров субзерен аустенита $d_\gamma^{\text{сз}}$; ——— — линии равных значений размеров рекристаллизованных зерен аустенита $D_\gamma^{\text{Р}}$. Цифры — размеры субзерен и зерен, мкм

да среднеугловой разориентировки в большеугловую при непрерывном изменении разориентировки с увеличением степени и/или температуры деформации. Вторая трудность связана с особенностью двухфазной ($\alpha + \gamma$)-структуры: в зависимости от соотношения фаз поперечный размер зерна одной из фаз ограничен расстоянием между частицами второй фазы, следствием является некоторая анизотропия формы зерна даже в исходном (недеформированном) состоянии (рис. 11.29, *а, б*). Это характерно для аустенита и феррита стали ЭИ811 и феррита стали ЭИ654. В связи с этим при построении карт структурных состояний параллельно использовали методы световой и электронной микроскопии и рентгеновской дифракции (РД). Показано, что метод РД наиболее эффективен при идентификации основных механизмов структурообразования в двухфазных аустенитно-ферритных сталях. Так, при деформации со скоростью 10^{-3} с^{-1} стали ЭИ811 с повышением температуры дифракционные линии феррита $\{110\}_\alpha$, $\{200\}_\alpha$ и $\{211\}_\alpha$ на рентгенограммах имеют характерные отличительные особенности в зависимости от механизма структурообразования. Полигонизованной структуре соответствуют сплошные линии (рис. 11.29, *и*). При переходе к смешанной структуре на сплошном фоне этих линий появляются рефлексы от отдельных зерен (рис. 11.29, *к*), а в случае преимущественного развития динамической рекристаллизации наблюдаются только отдельные рефлексы, размытые в азимутальном направлении (рис. 11.29, *л*), что говорит о наличии деформационной субструктуры внутри рекристаллизованных зерен и подтверждает динамическую природу рекристаллизации. Описанные закономерности характерны и для аустенита обеих сталей.

На карты структурных состояний стали ЭИ811 нанесены линии равных значений субзерен феррита ($d_\alpha^{\text{сз}}$) и аустенита ($d_\gamma^{\text{сз}}$) и динамически рекристаллизованных зерен аустенита ($D_\gamma^{\text{р}}$) (см. рис. 11.28). Структурные параметры $d_\alpha^{\text{сз}}$, $d_\gamma^{\text{сз}}$ и $D_\gamma^{\text{р}}$ обратно пропорциональны напряжению течения или параметру Зинера–Холломона.

Таким образом, из приведенных карт структурных состояний видно, что при варьировании степени, скорости и температуры деформации, а также величины исходного зерна в стали данного состава конкретной кристаллической решетки можно получить структурные состояния как динамической полигонизации, так и динамической рекристаллизации.

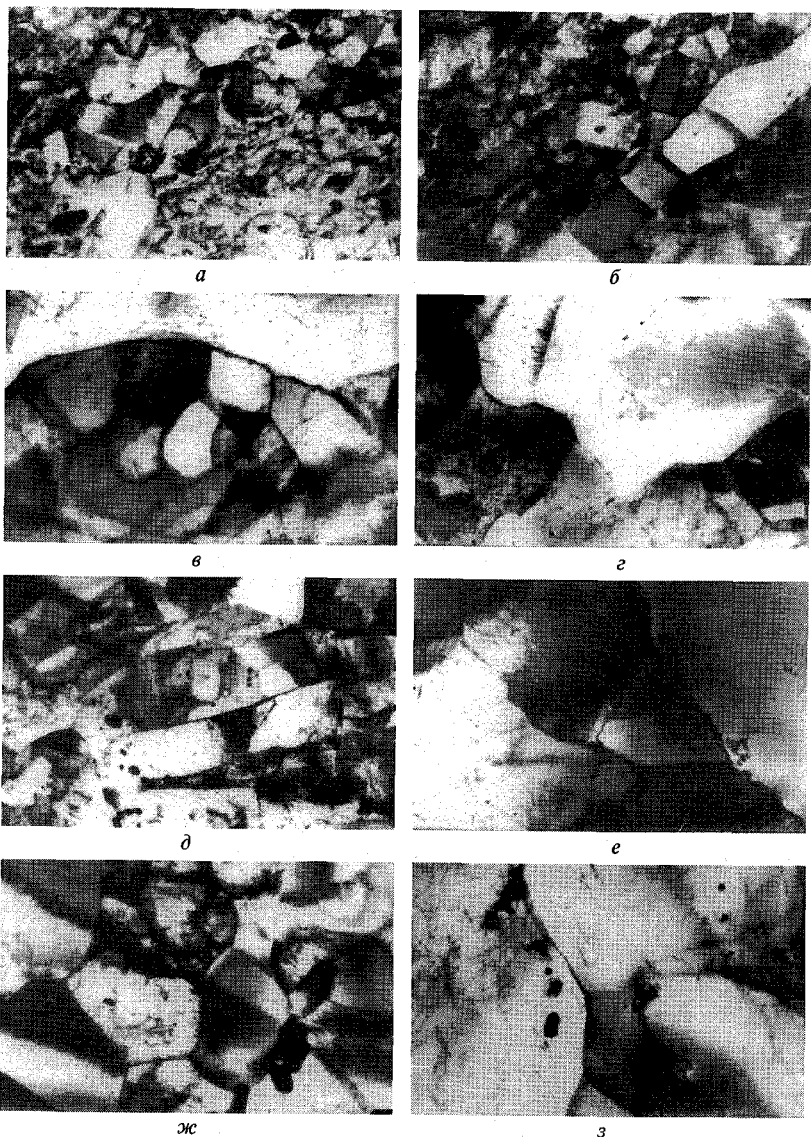
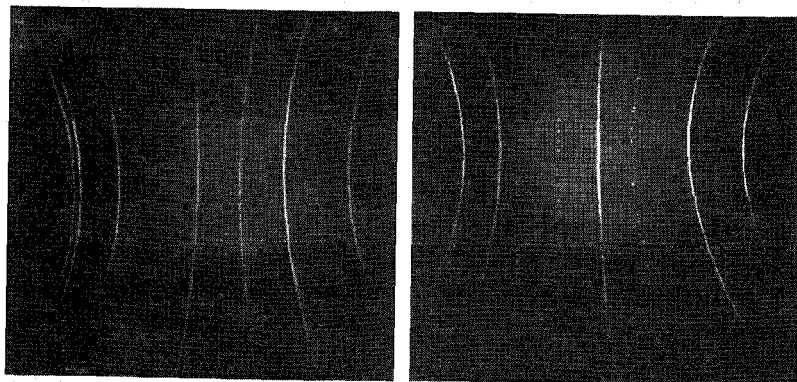
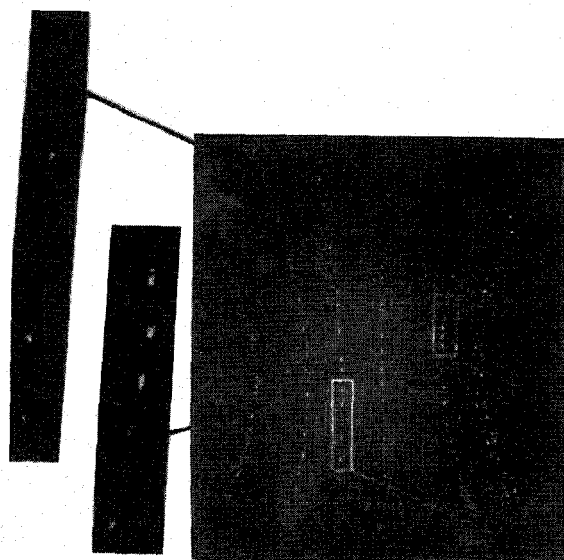


Рис. 11.29. Структура сталей ЭИ811 (а-г, $\dot{\epsilon} = 5 \text{ c}^{-1}$) и ЭИ654 (д-з) после горячего сжатия ($\epsilon = 50\%$) при $t_{\text{деф}}, ^\circ\text{C}$:
 а - 700°C ($\times 11600$); б - 1000°C ($\times 11600$); в - $t_{\text{деф}} = 1100^\circ\text{C}$ ($\times 15000$);
 г - 1200°C ($\times 7600$); д - 900°C , $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ($\times 7400$); е - 1000°C ,
 $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ ($\times 11000$); ж - 1200°C , $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ c}^{-1}$ ($\times 7800$); з - 1200°C ,
 $\dot{\epsilon} = 5 \text{ c}^{-1}$ ($\times 7400$)



и

к



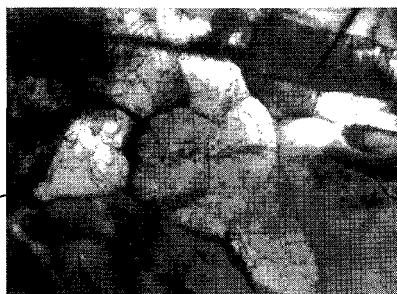
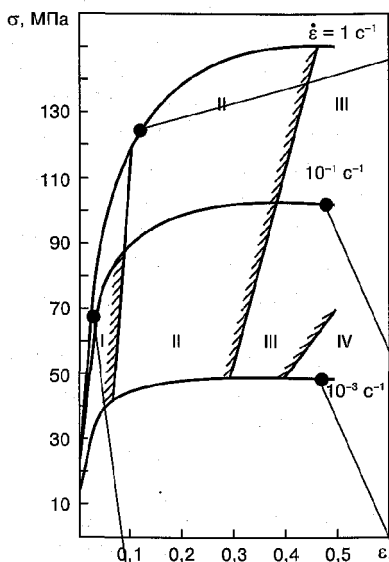
л

Рис. 11.29. Рентгенограммы (метод РД) сталей ЭИ811 (и, к, л) после горячей деформации сжатием ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, $\epsilon = 50\%$):
и — 900 °C; к — 1000 °C; л — 1200 °C

Закономерности процессов полигонизации и рекристаллизации при увеличении степени деформации

Стали с г.ц.к. и о.ц.к. решетками. При горячей деформации поликристаллов деформация начинается практически сразу со стадии множественного скольжения, значительно уменьшая или полностью подавляя стадию легкого скольжения.

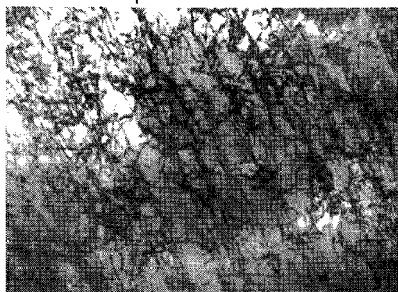
При деформации аустенитной стали 110Х6, когда основным механизмом разупрочнения на установившейся стадии является динамическая полигонизация, при увеличении степени деформации до 0,07...0,1 развивается *стадия горячего наклепа* (ГН): резко повышается плотность дислокаций, образуются клубки и нерегулярные плоские скопления дислокаций, а также структура типа ячеистой (рис. 11.30) [17]. При деформации $\varepsilon \geq 0,1$ начинается *стадия неуставившейся динамической полигонизации* (НДП), когда из-за накопления точечных дефектов в ходе деформации начинают интенсивно протекать процессы переползания: образуется полигонизованная структура. Неуставившейся стадия является потому, что структурообразование происходит при постоянно изменяющемся напряжении течения, а полигонизованная структура на этой стадии достаточно несовершенна: широкие субграницы, высокая плотность свободных дислокаций (рис. 11.30, в). С увеличением степени деформации на этой стадии доля полигонизованных объемов увеличивается, субграницы совершенствуются, плотность свободных дислокаций в объеме субзерен уменьшается. *Стадия установившейся динамической полигонизации* (УДП) начинается при деформации несколько большей, чем $\varepsilon_{уст}$, соответствующей установлению постоянного напряжения (см. рис. 11.30, г). Так что формирование постоянной структуры запаздывает по сравнению с установлением постоянного напряжения течения. На стадии УДП параметры тонкого строения — размер и разориентировка субзерен, плотность свободных дислокаций — с увеличением степени деформации в среднем остаются постоянными. Равноосность зерен и среднее расстояние между субграницами сохраняются за счет прохождения процессов реполигонизации. При достаточно высокой температуре, низкой скорости и значительной степени деформации в аустените развивается стадия динамической собратительной полигонизации (ДСП) (рис. 11.30, б).



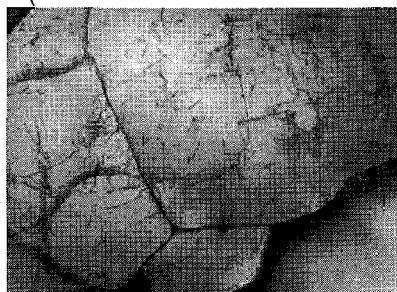
в



г



а



б

Рис. 11.30. Структура стали 110Х6 после горячей деформации сжатием при 1050 °С:

I – стадия ГН; II – стадия НДП; III – стадия УДП; IV – стадия ДСП

В зависимости от температурно-скоростных условий деформации протяженность стадий структурообразования в случае разупрочнения по типу динамической полигонизации изменяется.

В случае разупрочнения на установившейся стадии деформации по механизму динамической рекристаллизации (сталь 08X18H12T, $t_{\text{деф}} \geq 1100^\circ\text{C}$; сталь 40XH2MA, $t_{\text{деф}} \geq 900^\circ\text{C}$) также наблюдали стадию горячего наклепа и динамической полигонизации. При деформации в районе $\varepsilon_{\text{max}}^1$ начинается *стадия динамической рекристаллизации*. С ростом степени деформации динамическая рекристаллизация развивается в объеме исходной матрицы, но даже на далеко установившейся стадии деформации она может не достигать 100 % объема. Таким образом, динамическую рекристаллизацию можно также разделить на неустановившуюся и установившуюся стадии.

В последнем случае размер зерна в полностью рекристаллизованной матрице не изменяется при увеличении степени деформации на установившейся стадии. Кинетика динамической рекристаллизации данного материала определяется $\dot{\varepsilon}$, $t_{\text{деф}}$ и $D_{\text{исх}}$. Динамическая рекристаллизация имеет циклический характер: рекристаллизованные зерна на следующем этапе деформации последовательно проходят стадии горячего наклепа, динамической полигонизации и вновь рекристаллизуются.

При деформации о.ц.к. поликристаллов (на примере ферритных сталей 08X18T1 и Fe—Si) наблюдали те же стадии структурообразования, что и в аустените [17]. Особенность заключается в слабом развитии стадий горячего наклепа (ГН) и динамической рекристаллизации (ДР), а также в значительном развитии стадий установившейся динамической полигонизации (УДП) и динамической собирательной полигонизации (ДСП).

Общая последовательность процессов структурообразования при горячей деформации. Выявленные закономерности процессов структурообразования при горячей деформации о.ц.к. и г.ц.к. поликристаллов и полученные КСС для основных классов сталей при деформации сжатием, кручением и прокаткой показали, что при различных схемах деформации в условиях близких истинных температур, степеней, и скоростей дефор-

¹ Это справедливо для малых и средних размеров исходных зерен (≤ 100 мкм).

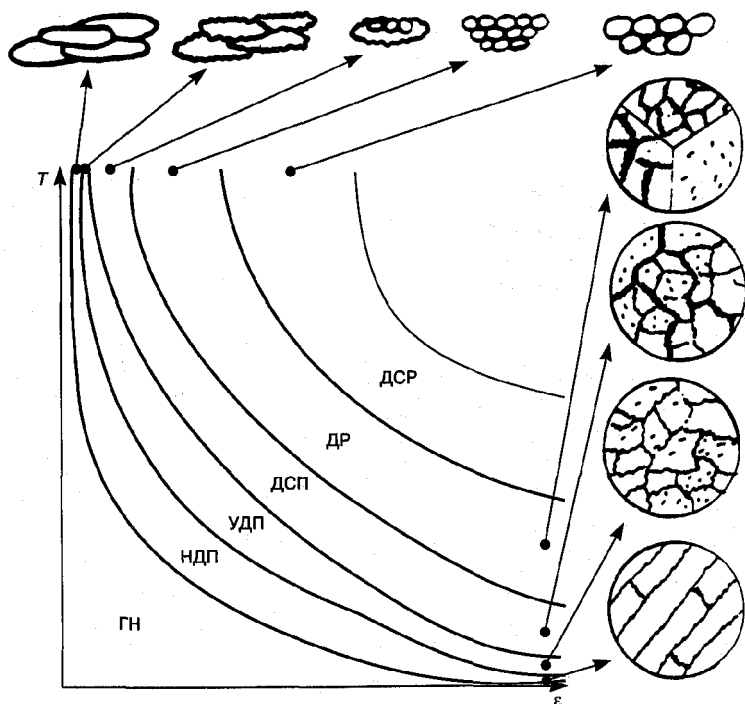


Рис. 11.31. Общая схема структурных процессов при горячей деформации

мации формируется подобные структуры, что позволило определить общую последовательность стадий: горячий наклеп (ГН) — неустановившаяся динамическая полигонизация (НДП) — установившаяся динамическая полигонизация (УДП) — динамическая собирательная полигонизация (ДСП) — динамическая рекристаллизация (ДР) — динамическая собирательная рекристаллизация (ДСР) (или динамический рост зерен) (рис. 11.31) [4, 17]. Эта последовательность характерна для внутризеренных процессов при всех значениях исходного зерна. Следует только помнить, что с уменьшением зерна и скорости деформации возрастает вклад приграничного скольжения дислокаций в общую деформацию.

При пониженных температурах, когда не развиваются динамическая и статическая (в паузах) рекристаллизации, конечная структура при дробной деформации в первом приближе-

нии соответствует суммарной степени деформации, для которой и следует строить КСС. В случае высоких температур следует использовать КСС при $\epsilon \approx 0,2...0,3$, что соответствует деформации за один проход в реальных условиях.

Температурный порог динамической рекристаллизации повышается при уменьшении скорости и степени деформации на установившейся стадии, увеличении размера исходного зерна и энергии дефектов упаковки, уменьшении содержания углерода, легировании Si, Cr, Mo, Co и особенно — V и Nb.

Следует помнить, однако, что описываемая последовательность процессов структурообразования не связана с дискретной сменой одного механизма другим. При деформации обычно накладываются два или несколько процессов структурообразования и, следовательно, можно говорить о какой-либо преобладающей структуре.

11.2. Структурные изменения после горячей деформации

Полигонизация и рекристаллизация, происходящие после горячей деформации, представляют большой практический интерес, потому что во многих технологических процессах, таких, как многопроходная горячая прокатка, отжиг деформированного металла, они имеют место при прокатке между проходами. К тому же скорости охлаждения подвергающихся формоизменению заготовок большого размера очень малы и позволяют пройти процессам полигонизации, рекристаллизации и роста зерен по окончании деформации.

Статическая полигонизация (статический возврат)

Так как динамическая полигонизация практически всегда имеет место при горячей деформации, дальнейшие структурные изменения посредством статической полигонизации достаточно малы. Однако некоторая дальнейшая полигонизация, включающая дислокационную перестройку и рост субзерен, а также последовательное разупрочнение, имеет место обычно с кинетикой, подобной для статической полигонизации после холодной деформации [3]. Таким образом, разупрочнение за счет прохождения статической полигонизации после горячей деформации достаточно мало.

Статическая рекристаллизация

Статическая рекристаллизация может идти в горячедеформированном металле при его последующем нагреве, охлаждении или выдержке при температуре деформации. Она подобна статической рекристаллизации после холодной деформации. Главное отличие в том, что меньшая, чем при холодной деформации, накопленная энергия горячей деформации влияет на кинетику рекристаллизации. Кинетика статической рекристаллизации после горячей деформации сильно зависит от скорости и температуры деформации, т. е. от параметра Зинера–Холломона Z [3, 18]. На рис. 11.32 показано влияние параметра Z на кинетику статической рекристаллизации технически чистого Al, продеформированного с постоянной степенью деформации и отожженного при постоянной температуре [18]. Также важно влияние степени деформации. Для материалов, разупрочняющихся в ходе горячей деформации по механизму динамической рекристаллизации, развитие последующей статической рекристаллизации зависит от степени горячей деформации: больше она, или меньше чем критическая деформация ε_C , требуемая для динамической рекристаллизации.

Существует связь между деформационным поведением материала и процессами структурообразования при статической рекристаллизации. Например, для простых низкоуглеродистых и высокопрочных низколегированных сталей с величиной зерна D_0 время 50%-й статической рекристаллизации $\tau_{0,5}$ при тем-

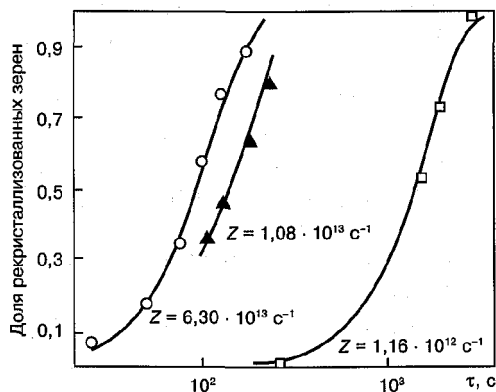


Рис. 11.32. Влияние температуры и скорости деформации (параметр Зинера–Холломона) на кинетику рекристаллизации технически чистого алюминия, деформированного с $\varepsilon = 3$ и отожженного при 410°C

пературе деформации может быть описано следующим уравнением [19]:

$$\tau_{0,5} = C_1 D_0^C \epsilon^{-n} Z^{-K} \exp(Q/RT),$$

где C_1 , C , K и n — константы, а Q — энергия активации рекристаллизации.

Рекристаллизованные зерна большей частью зарождаются на старых границах зерен:

$$D_R = C_2 D_0^{C'} \epsilon^{-n'} Z^{-K'},$$

где C_2 , C' , K' и n' — константы.

Если динамическая рекристаллизация прошла до статической рекристаллизации, то влияние ϵ и D_0 мало, т. е. C , C' , n и n' стремятся к нулю.

Такие уравнения являются необходимыми компонентами моделей горячей прокатки в промышленных условиях. Физическое обоснование этой зависимости остается важной научной задачей.

Метадинамическая рекристаллизация

Когда при горячей деформации достигается критическая степень деформации для динамической рекристаллизации ϵ_c , то в материале появляются зародыши рекристаллизации. Если деформацию прекратить, а отжиг при температуре деформации продолжить, то эти зародыши будут расти в частично динамически рекристаллизованной матрице без инкубационного периода. Это явление получило название *метадинамической рекристаллизации*¹ [20, 21].

Микроструктура материала, подвергнутого частичной динамической рекристаллизации, очень неоднородна и может содержать следующие структурные элементы [3]:

I — маленькие динамически рекристаллизованные зерна, которые почти свободны от дислокаций;

II — большие динамически рекристаллизованные зерна с умеренной плотностью дислокаций;

III — нерекристаллизованные участки структуры с высокой плотностью дислокаций.

¹ Этот вид рекристаллизации также называют *постдинамической*.

Каждый из этих структурных типов будет иметь отличный от другого характер структурных изменений при последеформационной выдержке при температуре деформации. Кинетика разупрочнения и распределение размеров зерен будут достаточно сложными.

Сакай с сотрудниками [22] идентифицировал некоторые стадии структурообразования при отжиге горячедеформированного никеля. Участки со структурой типа I могут продолжать рост зерен на ранних стадиях последеформационных выдержек по механизму метадинамической рекристаллизации. Если плотность дислокаций ρ в динамически рекристаллизованных зернах типа II меньше критической величины ρ_{RX} , необходимой для начала статической рекристаллизации $\rho < \rho_{RX}$, то участки структуры типа II будут полигонизоваться, и эту полигонизацию можно назвать метадинамической [22]. Если $\rho > \rho_{RX}$, то участки типа II могут рекристаллизоваться статически. Участки структуры типа III будут подвержены статической полигонизации и в дальнейшем — статической рекристаллизации. Когда материал полностью рекристаллизован, может происходить дальнейший рост зерен.

Изучение последеформационных процессов разупрочнения методом прерванной деформации

Процессы разупрочнения в ходе последеформационных или междеформационных пауз удобно изучать методом прерванной деформации. Этот метод, основанный на сильной структурной чувствительности предела текучести, предусматривает проведение двух последовательных операций деформации с увеличивающейся между ними по времени паузой при постоянной температуре. Долю разупрочнения определяют как

$$X = [(\sigma_T - \sigma_2)/(\sigma_2 - \sigma_1)]100,$$

где σ_T — напряжение течения непосредственно перед разгрузкой образца; σ_2 — предел текучести при повторной деформации; σ_1 — предел текучести в исходном состоянии при первом нагружении [20].

По кривым «доля разупрочнения — время» судят о кинетике статических процессов разупрочнения после горячей деформации. Различают три таких процесса — *статическая полиго-*

низация, метадинамическая рекристаллизация и статическая рекристаллизация. Последняя представляет собой известную первичную рекристаллизацию (обработку), проходящую в процессе выдержки после горячей деформации, с определенным инкубационным периодом. Отличительной особенностью метадинамической (после постдинамической) рекристаллизации является отсутствие инкубационного периода. Зародыши рекристаллизации образуются непосредственно в ходе горячей деформации. Развитие того или иного процесса и/или соотношение между различными процессами зависят от температуры и скорости деформации, а также от степени предварительной деформации, точнее, от ее соотношения с критической деформацией, необходимой для развития обычной статической рекристаллизации обработки ϵ_{CS} , и с критической деформацией для динамической рекристаллизации ϵ_{CD} . На рис. 11.33 приведена схема соотношения трех механизмов последеформационного статического разупрочнения в зависимости от степени предварительной деформации [20]. Обычно $\epsilon_{CS} \approx 0,05 \dots 0,12$, а $\epsilon_{CD} \approx 0,8 \dots 0,9 \epsilon_{\max}$ [23]. В зависимости от степени предварительной деформации ϵ_1 ($\epsilon_1 < \epsilon_{CS}$ или $\epsilon_{CS} < \epsilon_1 < \epsilon_{CD}$ или $\epsilon_1 > \epsilon_{CD}$) изменяется вид диаграмм высокотемпературной деформации при повторном нагружении (рис. 11.34). Если деформация прервана при $\epsilon_1 < \epsilon_{CS}$, то диаграмма повторной деформации является как бы продолжением диаграммы предварительной деформации даже при значительных паузах между

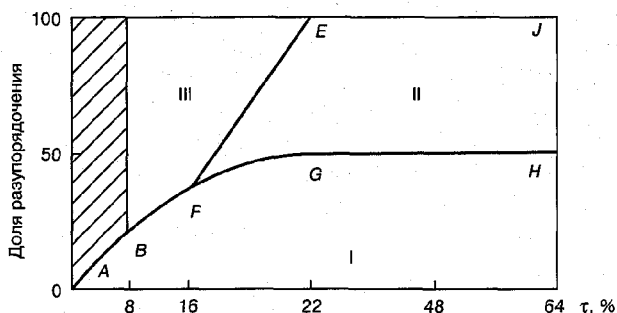


Рис. 11.33. Схематическое представление о влиянии степени деформации на механизм последеформационного разупрочнения:
I — статическая полигонизация; II — метадинамическая рекристаллизация;
III — статическая рекристаллизация

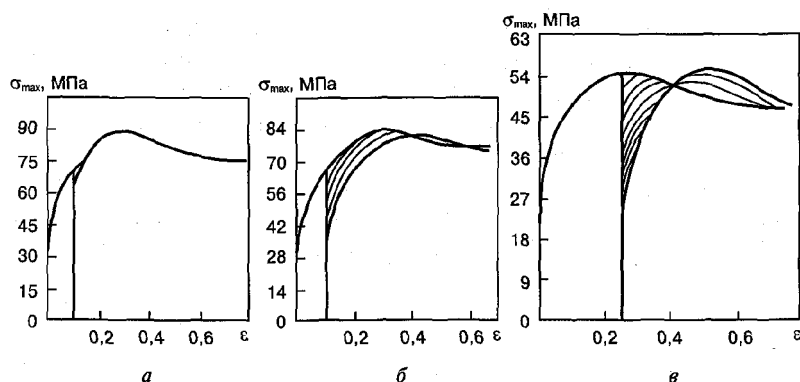


Рис. 11.34. Диаграммы предварительной и повторной деформации ниобийсодержащей (0,07 % С, 0,074 % Nb) стали, $\dot{\epsilon} = 8,0 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при $t_{\text{деф}}, ^\circ\text{C}$:
 а – 930 °C, $\epsilon_1 = 0,10$; б – 1040 °C; $\epsilon_1 = 0,10$; в – 1040 °C, $\epsilon_1 = 0,25$

деформациями. В данном случае разупрочнение после предварительной деформации мало и осуществляется только путем статической полигонизации (рис. 11.34, а). При $\epsilon_{CS} < \epsilon_1 < \epsilon_{CD}$ и $\epsilon_1 > \epsilon_{CD}$ диаграммы повторной деформации при увеличении времени междеформационных пауз смещаются вправо и по форме приближаются к диаграммам исходной деформации. В зависимости от размера ϵ_1 возможны различные соотношения разупрочняющих процессов (рис. 11.34, б, в).

Методом прерванной деформации можно изучать различие в кинетике процессов последеформационного разупрочнения, в частности, в низкоуглеродистых строительных сталях при их микролегировании, в том числе ниобием. На рис. 11.35 представлены диаграммы высокотемпературной деформации сжатием этих двух сталей, полученные в работе [23].

Добавление ниобия при прочих равных условиях приводит к повышению уровня напряжения течения как σ_{max} , так и $\sigma_{\text{уст}}$, к увеличению скорости упрочнения на начальных стадиях деформации, к исчезновению осцилляции напряжения течения при малых скоростях и высоких температурах деформации, к смещению ϵ_{max} в сторону больших степеней деформации.

Прерывание деформации нелегированной низкоуглеродистой стали в случае $t_{\text{деф}} = 1040 ^\circ\text{C}$ при $\epsilon = 0,25$ для обеих скоростей предварительной деформации $8 \dots 10^{-2}$ и $8 \dots 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ соответствует установившейся стадии деформации, т. е. значи-

тельному развитию процессов динамической рекристаллизации [23]. На рис. 11.36, *a* показано, что разупрочнение заканчивается через 10 с. Как отмечалось в работе [20], такая кривая разупрочнения обусловлена протеканием двух процессов, проходящих одновременно, — статической полигонизации и метадинамической рекристаллизации. Плато на кривой разупрочнения *б* связана с инкубационным периодом статической рекристаллизации (см. рис. 11.36). Из сравнения кривых *a* и *б*

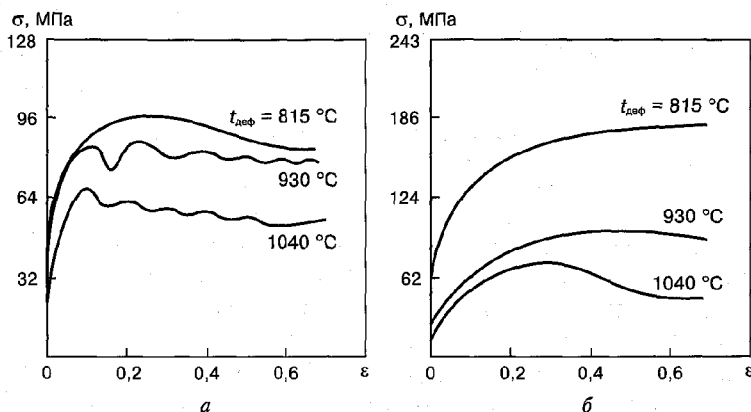


Рис. 11.35. Диаграммы высокотемпературной деформации сталей
с $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$;
a — 0,06 % С; *б* — 0,07 % С + 0,074 % Nb

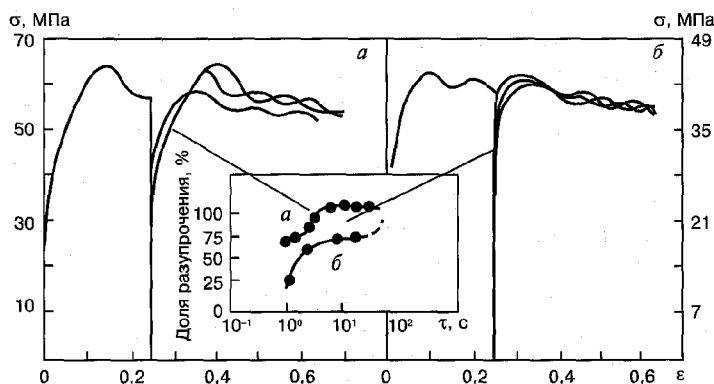


Рис. 11.36. Диаграммы предварительной и повторной деформации и кинетики
последеформационного разупрочнения стали с 0,06 % С при 1040°C :
a — $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$; *б* — $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

можно заключить, что в нелегированной низкоуглеродистой стали увеличение скорости деформации на порядок повышает скорость последеформационного разупрочнения также примерно на порядок.

В ниобийсодержащей стали при увеличении скорости деформации с $8 \cdot 10^{-3}$ до $8 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ время 50%-го разупрочнения уменьшается с 13 до 5 с. Особенностью горячей деформации стали с ниобием является меньшее развитие процессов динамической рекристаллизации при $\epsilon = 0,25$ (смещение ϵ_{max} в сторону больших значений), а следовательно, и процессов метадинамической рекристаллизации. Перегиб на кривых *a* и *b* (рис. 11.37) связан с переходом к разупрочнению по механизму статической рекристаллизации. Дополнительные площадки на кривых разупрочнения ниобиевых сталей выше 100 % разупрочнения (по отношению к исходному состоянию) интерпретировать сложно: возможно, они возникают вследствие коагуляции карбонитридов ниобия или роста зерен. В рассмотренном случае возрастает также и скорость статических процессов разупрочнения, если увеличивается скорость деформации. Это обусловлено увеличением плотности дислокаций, т. е. возрастанием движущей силы для развития процессов разупрочнения.

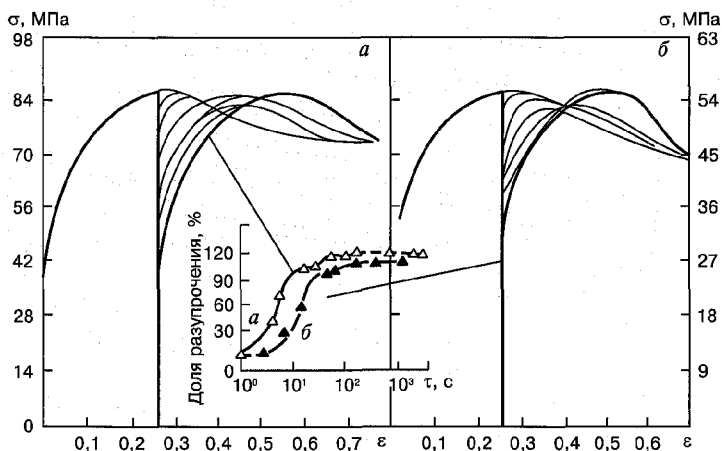


Рис. 11.37. Диаграммы предварительной и повторной деформации и кинетика последеформационного разупрочнения стали с 0,07 % С при 1040 °С: *a* — $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$; *b* — $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

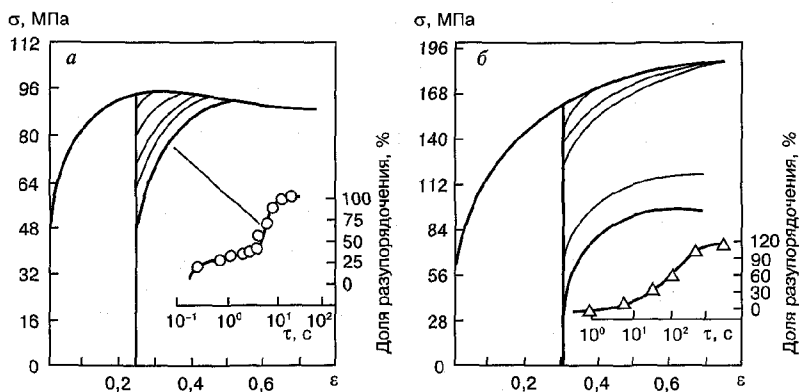


Рис. 11.38. Диаграммы предварительной и повторной деформации и кинетика последеформационного разупрочнения при $t_{\text{деф}} = 815^\circ\text{C}$ и $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$: а — сталь 0,06 % С; б — с 0,07 % С и 0,074 % Nb

При деформации ($\epsilon = 0,25$) нелегированной низкоуглеродистой стали при 815°C значение этой деформации оказывается меньше $\dot{\epsilon}_{\text{max}}$, поэтому процессы метадинамической рекристаллизации развиваются слабо, а два участка на кривой разупрочнения (рис. 11.38, а) обусловлены, в основном, статической полигонизацией и статической рекристаллизацией. О процессах последеформационного разупрочнения в случае горячей деформации стали с 0,074 % Nb при 815°C судить трудно, так как в процессе междеформационной выдержки интенсивно выделяются карбонитриды, а твердый раствор настолько обедняется углеродом и ниобием, что при этих условиях деформирования происходит γ - α -превращение. С увеличением последеформационной выдержки после предварительной деформации растет доля феррита: это отчетливо видно по уменьшению уровня напряжения течения и изменению вида диаграммы при повторной деформации (рис. 11.38, б). Влияние микролегирования (0,07 % Nb) на изотермическое разупрочнение горячедеформированного аустенита показано на рис. 11.39; приведены кривые разупрочнения, полученные на обоих исследуемых сталях при 930°C после $\epsilon_1 = 0,25$ и $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-3}$ и $8 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. В основном форма кривых подобна для обеих сталей, кривые разупрочнения состоят из сигмоидальных участков, разделенных горизонтальными площадками. Видно, что скорость разупрочнения сильно зависит от легирования стали

ниобием. Время до 50%-го разупрочнения возрастает с 3,5 с (кривая 3, сталь без ниобия) до 170 с (кривая 4, сталь с ниобием). Следует отметить, что, хотя общий вид кривых разупрочнения для обеих сталей подобен, процессы разупрочнения, соответствующие различным участкам кривой, могут быть разными. Это обусловлено не только влиянием ниобия на статические процессы разупрочнения, но и его влиянием на процессы разупрочнения в ходе предварительной горячей деформации.

Как уже отмечалось, ниобий сильно тормозит процессы динамической рекристаллизации, о чем можно судить по значительному смещению $\epsilon_{\max}$ в сторону больших степеней деформации. Следствием тормозящего влияния ниобия на процессы разупрочнения является то, что структурные состояния аустенита нелегированной низкоуглеродистой стали и ниобийсодержащей стали различны в момент прерывания деформации. Из рассмотрения диаграмм высокотемпературной деформации (см. рис. 11.35) видно, что, с одной стороны, при $\epsilon = 0,25$ и при обеих рассматриваемых скоростях деформации в нелегированной низкоуглеродистой стали получают значительное развитие процессы динамической рекристаллизации. Соответственно, статические процессы разупрочнения начинаются с метадинамической рекристаллизации и статической полигонизации и заканчиваются развитием статической рекристаллизации. С другой стороны, деформация $\epsilon = 0,25$ для ниобиевой стали при высокой скорости деформации значительно меньше, чем $\epsilon_{\max}$, и примерно равна $\epsilon_{\max}$ при меньшей скорости. Таким образом, при прерывании деформации с $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ разупрочнение будет развиваться по всем трем

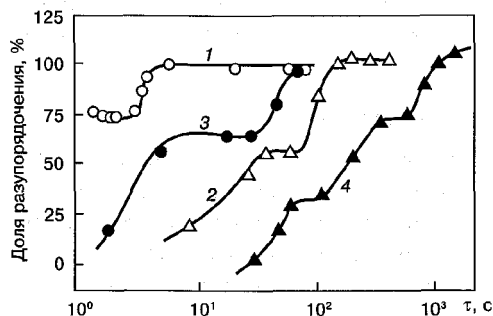


Рис. 11.39. Кинетика разупрочнения стали с 0,06 % С (1) и стали с 0,07 % С + 0,074 % Nb (2, 4) после горячей деформации при 930 °С и $\epsilon = 0,25$:
1, 2 — $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$;
3, 4 — $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

статическим механизмам, имеющим место и в нелегированной низкоуглеродистой стали. Следовательно, сравнивать кривые разупрочнения для этих сталей не всегда правомерно.

Можно сравнивать интенсивность отдельных процессов, рассматривая определенные участки кривых разупрочнения в строго фиксированных условиях деформирования (см. рис. 11.39). Так, начальные участки кривых 3 и 4 соответствуют статической полигонизации и метадинамической рекристаллизации. Время до 50%-го разупрочнения на этой стадии при добавлении в сталь ниобия возрастает в 15 раз. Верхние участки всех кривых разупрочнения соответствуют процессам статической рекристаллизации. Сравнение кривых показывает, что добавление ниобия приводит к 30-кратному уменьшению скорости статической рекристаллизации.

Хотя эти результаты и иллюстрируют тормозящие воздействия ниобия на процессы разупрочнения, следует отметить, что результаты эти неполные, и влияние ниобия на самом деле еще сильнее. В ниобийсодержащих сталях напряжение течения перед окончанием предварительной деформации выше, чем в нелегированной низкоуглеродистой стали. Следовательно, плотность дислокаций и движущая сила, контролирующая последующее разупрочнение, в этих сталях при одинаковых условиях деформации различны. Чтобы сравнить скорости разупрочнения при эквивалентных уровнях движущей силы, необходимо выбрать соответствующие условия предварительной деформации. Так, кривые 1 и 4 на рис. 11.39 получены при разных скоростях предварительной деформации, но при одинаковом уровне напряжения течения перед разгрузкой, а следовательно, при равной движущей силе к последующему разупрочнению. Сравнение кривых 1 и 4 показывает, что присутствие ниобия понижает скорость статического разупрочнения на 2–3 порядка.

Диаграммы структурных состояний

Уровень накопленной энергии деформации определяет степень последующего статического разупрочнения. Мерой накопленной энергии деформации может служить величина деформирующего напряжения, которое, в свою очередь, является функцией температуры, скорости и степени деформации. В случае горячей деформации на установившейся стадии на-

пряжение не зависит от степени деформации, а меру накопленной энергии деформации можно оценивать параметром Зинера—Холломоуна [1]. Ю.М. Вайнблат с сотр. [24–26] предложил строить на примере алюминиевых сплавов *диаграммы структурных состояний* в координатах «температура деформации — логарифмическая скорость деформации», которые характеризуют структуру после горячей деформации и термической обработки для разных интервалов указанных выше координат.

Благодаря пропорциональности между накопленной энергией деформации и $\lg Z$ существует отчетливая зависимость температуры статической рекристаллизации от $\lg Z$ (рис. 11.40), наиболее сильно выраженная при средних значениях $\lg Z$; высокие значения (выше 15...16) означают переход к холодной деформации, когда температурно-скоростная зависимость деформирующего напряжения становится значительно слабее. Если на рис. 11.40 отметить температуру нагрева под закалку t_3 (штриховые линии для сплавов АК8 и АВ), то графики разделятся на две части: при значениях $\lg Z$, лежащих левее точки пересечения ($t_p^H > t_3$), рекристаллизация при термической обработке не происходит; правее этой точки ($t_p^H < t_3$) наблюдается рекристаллизация, которая становится полной при значениях $\lg Z$, соответствующих условию $t_p^K < t_3$. Если на рисунок поместить дополнительно график зависимости t_p^K от $\lg Z$, то им можно пользоваться для назначения температуры и скорости деформации, при которых в полуфабрикате после термической обработки будет получена структура заданного типа — полигонизованная или рекристаллизованная, имея в виду, что $\lg Z = \lg \dot{\epsilon} + Q/2,3RT$. Однако удобнее пользоваться диаграммами, построенными в координатах $\lg \dot{\epsilon} - t$. Такие диаграммы структурных состояний для установившейся стадии горячей деформации были предложены в работе [24]; *они описывают тип структуры в зависимости от температуры и скорости деформации*. В настоящее время возможно более детальное описание структуры. На рис. 11.41 показана схема количественной диаграммы структурных состояний. Основу диаграммы составляют линии равных значений $\lg Z$, которым, согласно сказанному выше, можно приписать: постоянные значения деформирующего напряжения σ ; среднего размера субзерна d ; температуры статической рекристаллизации t_p^H , t_p^K .

Кроме того, установлено, что с величиной $\lg Z$ однозначно связан размер рекристаллизованных зерен D (при полной рекристаллизации) [26]. Очевидно также, что вследствие постоянства значений d и D каждой линии $\lg Z = \text{const}$ отвечает свое значение предела текучести, которое можно рассчитать по уравнению Холла–Петча.

Диаграмма содержит граничные линии $A-A$ и $B-B$, отвечающие условиям $t_p^H = t_s$ и $t_p^K = t_s$. Эти линии разделяют диаграмму на области, соответствующие трем типам структуры, которые наблюдаются в сплаве после термической обработки: полигонизованной (область I), рекристаллизованной (область II) и смешанной (область III). Область спонтанной рекристаллизации (IV) располагается в правом верхнем углу диаграммы и ограничена линией $C-C$ (рис. 11.40 и 11.42). Эта линия — геометрическое место точек, удовлетворяющих условию $t_p^H = t_p^K$. Под спонтанной рекристаллизацией авторы [24–26] понимают рекристаллизацию в ходе охлаждения с температуры деформации, которая идет более интенсивно, чем статическая, из-за повышенной концентрации вакансий.

Диаграмму можно использовать как карту механизмов деформации для условий горячей обработки давлением, если отметить на ней переход от степенной к экспоненциальной зависимости Z от σ (при $\lg Z = 9 \dots 10$) и переход к холодной

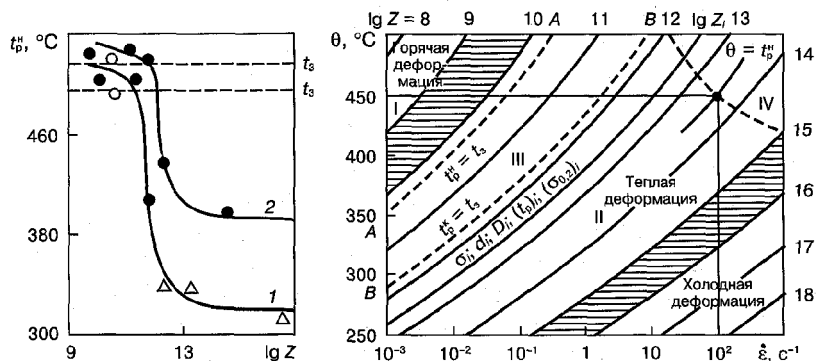


Рис. 11.40. Зависимости температуры начала рекристаллизации от параметра Z для сплавов АК8 (1) и АВ (2)

Рис. 11.41. Схема количественной диаграммы структурных состояний для установившейся стадии деформации; заштрихованы области перехода от одного механизма деформации к другому

деформации (при $\lg Z = 15...16$) [25]. Первый переход обусловлен увеличением эффективного коэффициента диффузии благодаря действию двух факторов — росту концентрации избыточных вакансий и увеличению скорости диффузии. Второй переход связан с изменением механизма динамической полигонизации, в котором преобладающее значение приобретает поперечное скольжение винтовых дислокаций. При меньших значениях $\lg Z$ динамическая полигонизация осуществляется в основном благодаря диффузионному процессу — переползанию краевых дислокаций.

В настоящее время отсутствует общепринятое подразделение деформации на горячую, теплую и холодную. Очевидно, что переход от одного типа к другому обусловлен изменением не только температуры, но и скорости деформации. По-видимому, наиболее удобно определять этот переход по изменению вида зависимости σ от Z , как это сделано на рис. 11.41 [25].

Рассмотрим теперь особенности структуры, формирующейся при температурно-скоростных условиях области III (частичная статическая рекристаллизация) и IV (спонтанная рекристаллизация) [25]. Установлено, что спонтанная рекристаллизация развивается быстрее, чем статическая, при одинаковой движущей силе и температуре, и при этом образуется более мелкое зерно [26]. Оба эти отличия объясняются тем, что спонтанная рекристаллизация протекает в присутствии избытка вакансий, сохраняющегося в сплаве в течение нескольких секунд после окончания деформации. Формирование структуры в области III легко понять на основе аналогии между зависимостью t_p^H от степени холодной деформации и от $\lg Z$ при горячей деформации (см. рис. 11.40). Условие $t_p^H = t_s$ отвечает критическому состоянию, при котором становится возможной статическая рекристаллизация. Известно, что при близких за критических деформациях обычно наблюдается максимум размера зерна. По этой же причине образуется грубозернистая структура и в области III диаграммы [25].

Исследования показывают, что в большинстве алюминиевых сплавов температурно-скоростная область динамической рекристаллизации лежит вне обычных режимов горячей обработки давлением и ее использование для регулирования структуры имеет весьма ограниченное применение.

Примеры диаграмм структурных состояний приведены на рис. 11.42 [24–26]. Видно, что протяженность структурных областей зависит от природы сплава; по виду диаграмм алюминиевые сплавы можно разделить на три типа. К первому типу относятся термически упрочняемые сплавы, содержащие стабилизирующие добавки переходных металлов; благодаря этому они имеют низкую склонность к рекристаллизации и протяженную область I. Ко второму типу относятся термически упрочняемые сплавы, не содержащие таких добавок; вследствие низкой стабильности структуры область I в пределах обычных режимов обработки давлением может отсутствовать. К третьему типу относятся сплавы, не упрочняемые термической обработкой. Для них единственным видом термической обработки является отжиг. Поскольку отжиг в отличие от закалки может проводиться при разных температурах, для каждого режима должно указываться свое положение линий A–A и B–B.

Будучи построенными для одного вида деформации – осадки, диаграммы структурных состояний правильно описывают структуру при разных видах обработки давлением, если учитывать присущие им диапазоны скоростей деформации (рис. 11.42, а).

11.3. Механические и эксплуатационные свойства горячедеформированных сталей

Возможность получать ту или иную структуру, а значит, и свойства, в ходе горячей деформации обуславливает необходимость установления связи между типом деформационной структуры и свойствами сталей разного назначения. Для этого сравнивали свойства материала с тремя типами структуры: динамически полигонизованной (ДП), динамически рекристаллизованной (ДР) и после стандартной термической обработки (статически рекристаллизованной (СР)).

Коррозионностойкие стали

Аустенитные стали. До недавнего времени основным способом снижения склонности аустенитных хромоникелевых сталей к межкристаллитной коррозии считалось уменьшение содержания углерода в них. В последние годы все большее рас-

пространение получает выплавка стали из первородных шихтовых материалов с низким содержанием примесей. В работах [4, 17] сравнивали процессы структурообразования и свойства коррозионностойких аустенитных сталей типа X18H12T с содержанием углерода 0,05 и 0,10 %, выплавленных из обычной и первородной шихты, после термомеханической обработки.

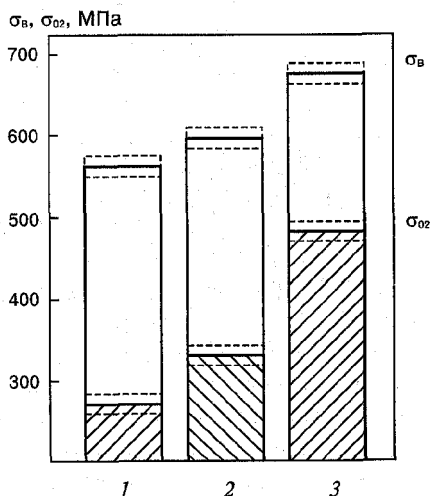
Формирование полигонизованной структуры обуславливает значительное повышение прочностных характеристик (рис. 11.43) [4]. При динамической рекристаллизации значение предела текучести уменьшается, но остается выше, чем в статически рекристаллизованной структуре, за счет сохранения деформационной субструктуры. При таком уровне упрочнения закономерно возникает вопрос о коррозионной стойкости термомеханически обработанных сталей.

Высокотемпературная термомеханическая обработка (ВТМО) повышает устойчивость стали против точечной и межкристаллитной коррозии (МКК) в слабоокислительных средах, о чем свидетельствует увеличение потенциала питтингообразования, уменьшение плотности питтингов и выравнивание токов анодного растворения границ и тела зерна [4]. Наибольший эффект увеличения устойчивости против точечной и межкристаллитной коррозии после ВТМО в сталях, выплавленных из первородной шихты, наблюдается при малом содержании углерода (0,05 %). После ВТМО сталей, выплавленных из обыч-

Рис. 11.43. Механические свойства стали 08X18H12T

Исходная структура:

1 – статическая рекристаллизация (1050 °С, охл. в воде); 2 – динамическая рекристаллизация (1050 °С; $\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$; $\epsilon = 50 \%$; охл. в воде); 3 – динамическая полигонизация (900 °С; $\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$; $\epsilon = 50 \%$; охл. в воде)



ной шихты, коррозионная стойкость практически не зависит от содержания углерода [4].

Оже-спектроскопическое исследование показало равномерное распределение между границами и телом зерна не только легирующих элементов, таких как Ni и Cr, но и примесей, таких как P и S, за счет формирования развитой субструктуры полигонизации. Это предотвращает обогащение границ нежелательными примесями и повышает стойкость сталей к точечной и межкристаллитной коррозии [4].

Таким образом, установлено, что высокая коррозионная стойкость достигается двумя путями:

- выплавка стали из первородной шихты при поддержании содержания углерода на низком уровне, в этом случае сталь может использоваться в закаленном с 1050 °С состоянии;

- более дешевый путь — выплавка стали из обычной шихты и проведение регламентированной горячей деформации в цикле ВТМО, при том что содержание углерода может быть на обычном уровне 0,1 %.

Изделия из аустенитных нержавеющей сталей в процессе эксплуатации могут подвергаться длительным нагревам. В связи с этим были проведены исследования термической устойчивости сталей против МКК. Построенные диаграммы Роллансона характеризуют склонность к МКК после провоцирующих нагревов [4, 17].

При получении как динамически полигонизованной, так и динамически рекристаллизованной структуры температурно-временные области склонности к МКК сенсibilизированных сталей, выплавленных из обычной шихты, существенно сдвинуты в сторону больших выдержек. Образующаяся субструктура, определяя равномерное распределение элементов по объему, предотвращает преимущественное выделение карбидов на границах зерен. В случае динамической рекристаллизации дополнительным благоприятным фактором является измельчение зерна. Снижение содержания углерода в сталях приводит к сужению температурной области склонности к МКК при длительных выдержках. Сенсibilизированная сталь, выплавленная из первородной шихты и имеющая низкое содержание углерода, наименее склонна к МКК.

Аустенитно-ферритные стали. Среди коррозионно-стойких сталей перспективными являются хромоникелевые двухфазные

аустенитно-ферритные стали, обладающие высокой свариваемостью и коррозионной стойкостью, присущими ферритным сталям, и технологичностью, присущей аустенитным сталям, но к тому же в отличие от последних имеющие повышенные прочностные свойства и меньшее содержание никеля.

Установлено, что формирование в сталях 03X26H6, 15X18H12C4ТЮ и 12X21H5Т при температуре деформации 900 °С и охлаждении в воде преимущественно динамически полигонизованной структуры в обеих фазах обеспечивает по сравнению со статически рекристаллизованной структурой повышение прочностных характеристик на 20...60 % [17]. При этом пластичность, ударная вязкость и коррозионная стойкость в рабочей среде не ухудшаются. Охлаждение на воздухе за счет протекания частичной статической рекристаллизации и выделения карбидов приводит к некоторому уменьшению как прочностных, так к пластических характеристик. Развитие процессов динамической рекристаллизации в феррите и аустените в ходе деформации прокаткой при 1200 °С практически не приводит к упрочнению.

Коррозионная стойкость полигонизованной аустенитно-ферритной стали 03X26H6 после термомеханической обработки не ниже, чем после контрольной обработки той же стали, а выше, нежели у коррозионно-стойкой аустенитной стали типа 08X18H10Т после термической обработки, несмотря на почти двукратное увеличение прочности [17]. Так, скорость общей коррозии стали 03X26H6 в воде при температуре 350 °С и давлении 16,8 МПа в три раза ниже, чем у стали 08X18H10Т. Время до разрушения при испытании на коррозионное растрескивание под напряжением у стали 03X26H6 в три раза больше (50...60 ч против 15...20 ч у стали 08X18H10Т), а потенциал питтингообразования в два раза положительнее (350...450 мВ против 160...170 мВ, чем у стали 08X18H10Т).

Известно, что аустенитно-ферритные стали в определенных условиях проявляют склонность к сверхпластической деформации. В наших работах [4, 17] показано, что в условиях, когда коэффициент скоростной чувствительности напряжения $m > 0,4$, склонность к более полной реализации повышенной пластичности сталей увеличивается среди исследованных структур в последовательности: СР—ДР—ДП (рис. 11.44).

Преимущество полигонизованной структуры связано с тем, что, во-первых, ее наличие к началу сверхпластической деформации приводит к значительному развитию процессов динамической собирательной полигонизации, в результате которой формируется мелкозернистая (3...5 мкм) структура. Во-вторых, полигонизованная структура повышает порог статической рекристаллизации и дает возможность получать частично мелкозернистую структуру при нагреве под сверхпластическую деформацию на более высокие температуры.

Ферритная сталь. Если аустенитно-ферритные стали типа 12Х21Н5Т можно рекомендовать в качестве заменителей сталей типа Х18Н10Т в слабоокислительных средах, ферритные стали типа 08Х18Т1 рекомендуются в качестве заменителя стали Х18Н10Т для изготовления сварных конструкций, не подвергающихся действию ударных нагрузок при температуре эксплуатации не ниже -20°C .

Термомеханическая обработка ферритной стали 08Х18Т1 с получением высокодисперсной субзеренной полигонизованной структуры позволяет значительно повысить хладостойкость ($KCU = 1,3...1,7$ МДж/м² при $t = -20...-60^{\circ}\text{C}$) стали и рекомендовать ее вместо аустенитной стали 08Х18Н10Т при температуре эксплуатации $20...-60^{\circ}\text{C}$. Термическая обработка тер-

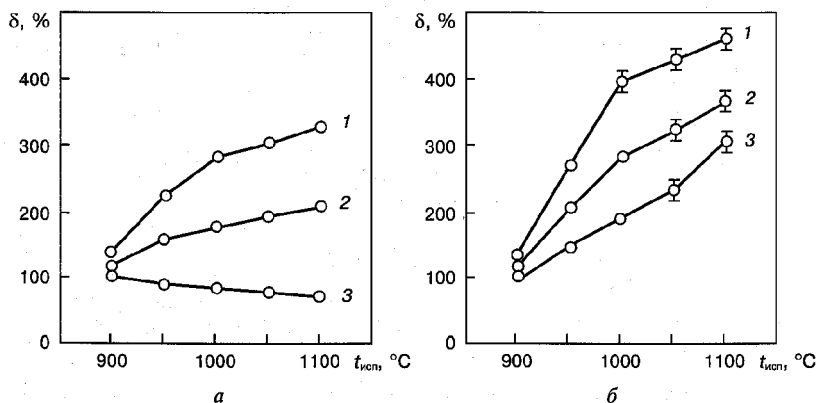


Рис. 11.44. Пластичность аустенитно-ферритных сталей 12Х21Н5Т и 15Х18Н12С4ТЮ при горячем растяжении с $\epsilon = 1,7 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Исходная структура:

1 — динамическая полигонизация ($t_{\text{деф}} = 900^{\circ}\text{C}$; $\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$; $\epsilon = 50\%$; охл. в воде); 2 — динамическая рекристаллизация ($t_{\text{деф}} = 1200^{\circ}\text{C}$; $\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$; $\epsilon = 50\%$; охл. в воде); 3 — статическая рекристаллизация

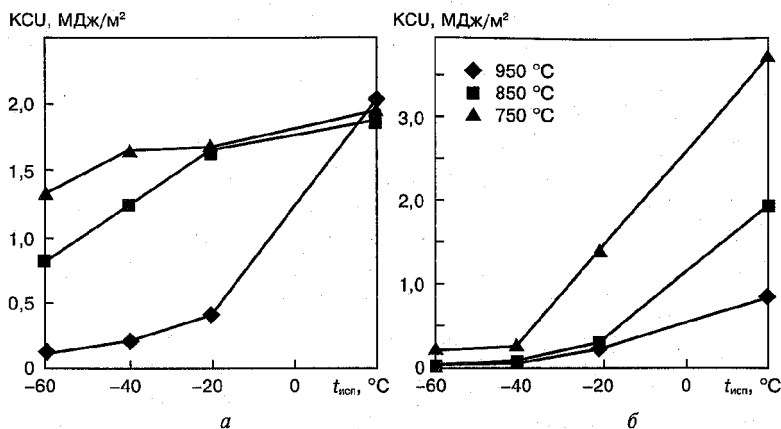


Рис. 11.45. Хладостойкость ферритной стали 08X18T1 после термомеханической обработки ($\dot{\epsilon} = 5 \text{ с}^{-1}$; $\epsilon = 60 \%$) (а) и последующего нагрева (850 °C, 30 мин) (б)

момеханически упрочненной ферритной стали приводит к резкому ухудшению хладостойкости (рис. 11.45, б) [17].

Таким образом, можно утверждать, что получение динамически полигонизованной структуры аустенита и феррита в коррозионно-стойких сталях приводит к повышению комплекса механических и технологических свойств без ухудшения, а в слабоокислительных средах — с повышением коррозионной стойкости.

Электротехнические стали

Благоприятное влияние полигонизованной структуры в отличие от динамически рекристаллизованной на склонность к трещинообразованию выявлено для кремнистых ферритных сталей с содержанием 3,0; 4,5 и 6,5 % Si [4, 17]. Полигонизованная структура предотвращает зарождение трещин, уменьшая пиковые напряжения за счет пластической релаксации. Наличие развитой сетки субграниц тормозит также и развитие трещин. Кроме этого динамическая полигонизация в сталях с содержанием 6,5 % Si подавляет процессы атомного упорядочения, которые являются одной из причин хрупкости высококремнистых сталей [4, 17].

Особенностью горячей прокатки трансформаторной стали являются малые толщины горячекатаного проката (2...3 мм),

имеющего по толщине 2 типа структур: у поверхности — зону равноосных мелких зерен, а в середине — зону крупных вытянутых зерен. Пластичность горячекатаного подката при холодной прокатке обычно связывают с соотношением этих зон и с размером зерна на поверхности. Как показали испытания на трехточечный изгиб [4, 17], получение развитой полигонизованной структуры внутри крупных вытянутых зерен в срединной части, а также вытянутых полигонизованных мелких зерен на поверхности позволяет повысить пластичность стали. Получение такой структуры в горячекатаном подкате толщиной до 2 мм позволило прокатать кремнистую сталь с 6,5 % Si при комнатной температуре на конечную толщину 0,35 мм.

Инструментальные и конструкционные стали

Высокоуглеродистые стали. Высокотемпературная термомеханическая обработка высокоуглеродистых инструментальных сталей, в частности быстрорежущих, не получила широкого распространения из-за низкой пластичности этих сталей. В связи с этим для проведения деформации сталей Р6М5 и 12М5ФЗСЮ выбрали способ горячего гидродинамического выдавливания (ГГДВ), который вследствие всестороннего неравномерного сжатия позволяет деформировать быстрорежущие стали в широком интервале скоростей, степеней и температур деформации.

Установлено, что, несмотря на высокие степени (от 50 до 80 %) и скорости деформации (от 40 до 140 с⁻¹), при ГГДВ в диапазоне температур 950...1200 °С возможно получение как рекристаллизованной, так и нерекристаллизованной (полигонизованной) структуры [17].

Построены карты структурных состояний обеих сталей при ГГДВ. С повышением степени и скорости деформации порог рекристаллизации снижается, причем для стали Р6М5 он меньше, чем для безвольфрамовой стали 12М5ФЗСЮ.

Получение рекристаллизованной структуры аустенита после ВТМО при $t > 1200$ °С приводит к измельчению мартенсита по сравнению с закалкой ТВЧ и обеспечивает повышение прочности на 3...18 %, ударной вязкости в 1,1...1,4 раза у обеих марок стали без уменьшения легированности твердого раствора.

Получение нерекристаллизованной (полигонизованной) структуры аустенита после ВТМО при 1050 °С приводит к

большей, чем в случае рекристаллизованной структуры, дисперсности и однородности мартенсита и обеспечивает повышение прочности на 17...30 %, ударной вязкости в 1,8...2 раза по сравнению с закалкой ТВЧ [17]. Легированность твердого раствора при этом снижается из-за выделения карбидов, причем тем сильнее, чем выше степень, ниже температура и скорость деформации, что приводит к частичному снижению красностойкости обеих сталей и ухудшению режущих свойств.

Таким образом, для режущего инструмента, работающего в условиях значительного разогрева режущей кромки и требующего высокой красностойкости, целесообразно получение рекристаллизованной структуры аустенита. Для тонколезвийного инструмента, работающего в условиях значительных динамических нагрузок и сравнительно невысокого разогрева режущего клина, возможно получение полигонизованной структуры аустенита. Эксплуатационные свойства безвольфрамовой стали 12М5ФЗСЮ после ВТМО не ниже, чем у стали Р6М5.

Среднеуглеродистые стали. Положительное влияние полигонизованной структуры аустенита на прочностные свойства и склонность среднеуглеродистых конструкционных сталей к отпускной хрупкости впервые установлено в научной школе академика В.Д. Саловского. Но рекомендуемые режимы горячей деформации ($\epsilon = 25...30\%$; $t = 900...950^\circ\text{C}$) соответствовали стадии неустановившейся динамической полигоназации. В работах [4, 17] предложены режимы горячей деформации, близкие к установившейся стадии динамической полигонизации аустенита и предполагающие увеличение степени деформации до 50 % и уменьшение $t_{\text{деф}}$ до $800...850^\circ\text{C}$.

Наблюдали традиционное для среднеуглеродистых сталей в низкоотпущенном состоянии одновременное повышение прочностных (на 10 %) и пластических характеристик из-за измельчения кристаллов и пакетов мартенсита. При высокотемпературном отпуске различие в свойствах с закаленными образцами уменьшается.

Динамически полигонизованная на установившейся стадии деформации структура аустенита оказывает большее влияние на склонность к отпускной хрупкости по сравнению со структурами неустановившейся динамической полигонизации, динамической и статической рекристаллизации [17]. Этот эффект

в наибольшей степени проявляется при пониженных температурах испытания.

Установлено, что влияние структурного состояния после ВТМО на величину износостойкости зависит от вида трения. Так, получение полигонизованной структуры аустенита в цикле ВТМО привело к небольшому повышению износостойкости (до 16 %) при испытаниях по закрепленному абразиву и на газоабразивный износ. В условиях же, наиболее приближенных к реальным — испытания со свободно падающим абразивом и износе при сухом трении, — получено более чем двукратное повышение износостойкости в низкоотпущенном состоянии.

Низкоуглеродистые стали. Для низкоуглеродистых конструкционных сталей ст. 3, 09Г2С и 09Г2ФБ широкое распространение получил процесс контролируемой прокатки, технологически более простой, чем ВТМО. Контролируемая прокатка имеет целью повышение прочности и хладостойкости низкоуглеродистых низколегированных сталей за счет образования высокодисперсной феррито-перлитной структуры [17].

Полигонизованная структура, образованная в аустените при его горячей деформации, приводит к большему измельчению феррито-перлитной структуры при $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении за счет большего числа мест зарождения на субграницных поверхностях.

Оказалось, что структура, образованная на стадии неустановившейся динамической полигонизации ($\epsilon = 25\%$), менее эффективна для измельчения феррито-перлитной структуры при $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении, чем структура установившейся динамической полигонизации ($\epsilon = 50\%$), которая характеризуется большей долей полигонизованных объемов, однородностью и большей плотностью субграниц. Микролегирование обуславливает уменьшение размеров зерен и субзерен, что приводит к дополнительному измельчению феррито-перлитной структуры.

Следовательно, для низко- и среднеуглеродистых сталей получение полигонизованной структуры в ходе горячей деформации определяет повышение комплекса механических и эксплуатационных свойств. В высокоуглеродистых сталях в температурном интервале формирования полигонизованной структуры происходит выделение карбидов, что приводит к уменьшению легированности твердого раствора и снижению эксп-

луатационных характеристик. Это приводит к ограничению областей использования инструментальных материалов, имевших в аустенитном состоянии полигонизованную структуру.

Таким образом, на основании карт структурных состояний разработаны режимы термомеханической обработки сталей с получением в высокотемпературных фазах полигонизованной структуры на установившейся стадии горячей деформации ($\epsilon \geq 0,7$). Такая полигонизованная структура высокотемпературной фазы по сравнению со статически и динамически рекристаллизованными структурами обеспечивает повышение предела текучести стали и упрочнение материала на 10...80 %. При этом:

- в аустенитных сталях уменьшаются вязкость и пластичность;

- в аустенитно-ферритных сталях (при содержании феррита 30...50 %) также падает вязкость, но пластичность повышается;

- в ферритных сталях, в том числе и в феррито-перлитных после контролируемой прокатки, увеличивается вязкость, но уменьшается пластичность;

- в среднеуглеродистых сталях, закаливаемых на мартенсит, наблюдается одновременное повышение пластичности и сопротивления как пластической деформации, так и разрушению, ударной вязкости, износостойкости при различных схемах испытания, понижение порога хладноломкости и уменьшение склонности к отпускной хрупкости;

- для высокоуглеродистых сталей понижается красностойкость из-за выделения карбидов в температурном интервале формирования полигонизованной структуры;

- полигонизованная структура не ухудшает, а в некоторых случаях, в частности в слабоокислительных средах, повышает стойкость аустенитных хромоникелевых сталей против точечной и межкристаллитной коррозии;

- формирование в ходе деформации и охлаждения полигонизованной структуры горячекатаного подката электротехнических кремнистых сталей с содержанием Si до 6,5 % способствует подавлению процессов атомного упорядочения, повышению деформируемости этих сталей в холодном состоянии.

Библиографический список к главе 11

1. Jonas J.J., Sellars C.M., Tegart W.J. // Metallurgical reviews. 1969. № 130. — P. 1–33.
2. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1978. — 568 с.
3. Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. — Pergamon, 1995. — 496 p.
4. Бернштейн М.Л., Добаткин С.В., Капуткина Л.М., Прокошкин С.Д. Диаграммы горячей деформации, структура и свойства сталей. — М.: Металлургия, 1989. — 544 с.
5. Luton M.J., Sellars C.M. // Acta Metal. 1969. — V. 17. — P. 1033–1043.
6. Sakai T., Jonas J.J. // Acta Metal. 1984. — V. 32, № 2. — P. 189–209.
7. Doherty R.D., Szpunar J.A. // Acta Metal. 1984. — V. 32, № 10. — P. 1789–1798.
8. Rossard C., Le Bon A., Thivellier D., Manenc J. // Science. Rev. Met. 1969. — V. 66, № 4. — P. 263–270.
9. Добаткин С.В., Капуткина Л.М. // ФММ. 2001. — Т. 91, № 1. — С. 79–89.
10. Humphreys F.J. / Proc. 6th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys / Ed. Gifkins R.C. 1982. — V. 1. — 625 p.
11. Вайнблат Ю.М., Шаршагин Н.А. // Динамическая рекристаллизация алюминиевых сплавов. Цветные металлы. 1984. № 2. — С. 67–70.
12. Mc Queen H.J., Knustad O., Ryum N., Solberg J.K. // Scripta Met. — V. 19. — 73 p.
13. Jonas J.J., Weiss J. // Metal Science. 1979. — V. 13. — P. 238–245.
14. Weiss J., Jonas J.J. // Metal Trans. 1979. — V. 10A. — P. 831–840.
15. Le Bon A., Robes-Vernis J. // Metal Science. 1975. — V. 9. — P. 36–40.
16. Бернштейн М.Л., Капуткина Л.М., Добаткин С.В. // Новое в исследованиях фазовых и структурных превращений в сталях. — М.: МДНТП, 1985. С. 63–66.
17. Добаткин С.В. Полигонизация и построение карт структурных состояний для оптимизации режимов горячей деформации сталей. — М.: МИСиС, 1990. — 453 с.
18. Gutierrez J., Castro F.R., Urcola J. // Fuentesm. Mat. Science. Eng. 1988. — V. A 102. — 77 p.
19. Sellars C.M., Whiteman J.A. // Metal. Science. 1979. — V. 13. — 187 p.
20. Djaic R.A.P., Jonas J.J. // J. Iron and Steel Inst. 1972. — V. 210, № 4. — P. 256–261.
21. Petkovic R.A., Luton M.J., Jonas J.J. // Acta Metal. 1979. — V. 27. — 1633 p.
22. Sakai T., Ohashi M., Chiba K. // Acta Metal. 1988. — V. 36. — 1781 p.
23. Petkovic R.A., Luton M.J., Jonas J.J. // Hot deformation of austenite. 1977. — P. 68–85.
24. Вайнблат Ю.М., Ланицман П.Ш., Шаршагин Н.А. // Известия вузов. Цветная металлургия. 1975. — № 4. — С. 155–160.
25. Вайнблат Ю.М. // Известия АН СССР. Металлы. 1982. — № 2. — С. 82–89.
26. Вайнблат Ю.М., Клепачевская С.Ю., Ланицман П.Ш. // ФММ. 1977. — Т. 44, вып. 4. — С. 834–842.

Глава 12

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И СТРУКТУРНАЯ НЕОДНОРОДНОСТЬ СПЛАВОВ

12.1. Общие представления

В практике термической и термомеханической обработки многих практически важных сплавов часто формируется неоднородная по размерам зерен микроструктура, негативно влияющая на свойства. Особенно распространено это явление в сплавах, содержащих дисперсные фазы, растворяющиеся с разной скоростью при нагреве в определенных интервалах температур. В этом случае часто образуются зерна аномально больших размеров, превышающих размеры исходных зерен в десятки и сотни раз, т. е. существенно больше тех, что возникают обычно при рекристаллизации однофазных сплавов после холодной деформации на критическую степень. Образование таких аномально больших зерен часто называют *огрублением*, а саму структуру *грубозернистой*.

В тех случаях, когда огрубление структуры охватывает не весь объем изделия, а его часть, возникают структуры с резко неоднородным размером зерен, так называемые *разнозернистые* структуры.

Виды разнозернистости и причины ее вызывающие весьма многообразны [1, 2]. По величине и положению в изделии участков со структурой, состоящей из зерен, резко различающихся по размерам от основной массы зерен, можно выделить по крайней мере три случая (рис. 12.1).

1. Области крупных зерен расположены в каких-то макроучастках изделия (образца) и имеют размеры $L \gg D$ (D — размер зерна) в двух или трех измерениях — так называемая *зональная разнозернистость*.

2. $L \gg D$ только в одном направлении — *строчечная разнозернистость*.

3. Группы крупных или очень мелких зерен беспорядочно разбросаны по объему изделия — *островковая разностерность*.

Примером зональной разностерности могут служить грубозернистые периферийные зоны, возникающие при нагреве под закалку горячепрессованных изделий из алюминиевых сплавов, так называемый *ободок* (рис. 12.1), и др. Зональная разностерность встречается в изделиях сложной формы из

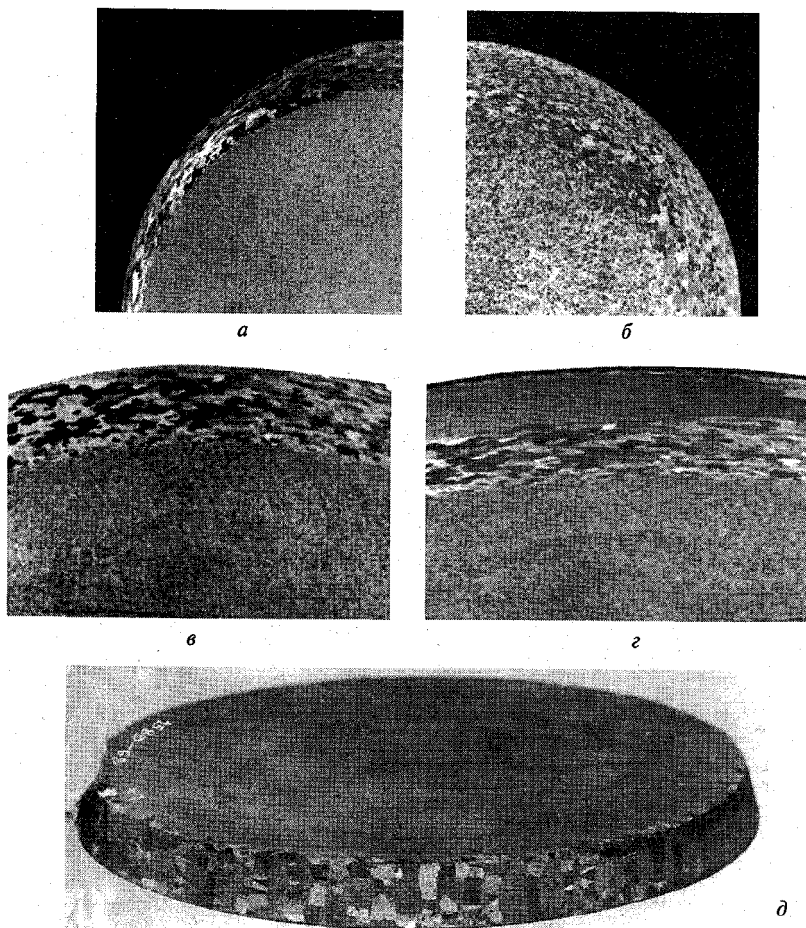


Рис. 12.1. Зональная разностерность в алюминиевых сплавах, легированных марганцем (а, б, в, з), и в малоуглеродистой стали (д), раскисленной алюминием (0,05...0,07 %) после горячей деформации прессованием, закалки и завершающем отжиге при 550...580 °С 10 ч

жаропрочных сплавов. В этих же сплавах распространены также и другие виды разнотерности — строчечная и островковая (рис. 12.2)

Количественную оценку разнотерности получают с помощью металлографической статистики. По результатам большого числа замеров (800—1000) подсчитывают число зерен N_i данного диаметра D_i и средний диаметр зерна $\bar{D} = \sum (D_i N_i) / N$, где N — общее число замеренных зерен всех размеров.

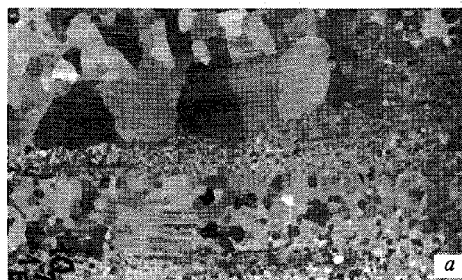
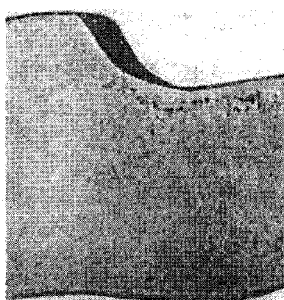
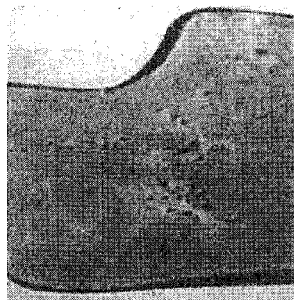
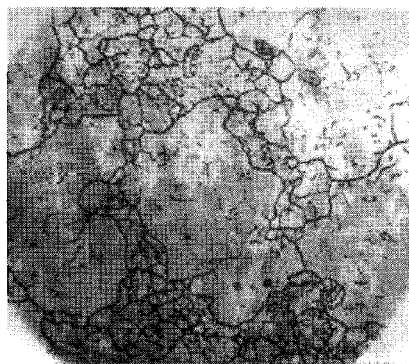


Рис. 12.2. Разновидности строчечной (а, б) и островковой (в, г) разнотерности, вызванные неоднородным распределением примесей:

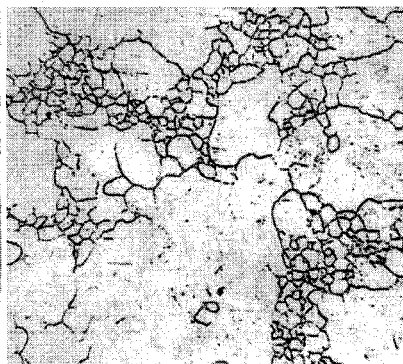
а — сплав Al + Mn (0,3%) нагрев 620 °С; *б* — изделие из сложнолегированного никелиевого сплава; *в* — сталь 12Х2Н4А, нагрев 900° (4 ч); *г* — 900° (4 ч) + 1000° (1 ч)



б



в



г

Из кривых распределения $N_i = f(D_i)$ (рис. 12.3) определяют размер наиболее часто встречающихся зерен, отвечающих максимуму на кривой распределения D_B , и максимальный диаметр $D_{\max}$.

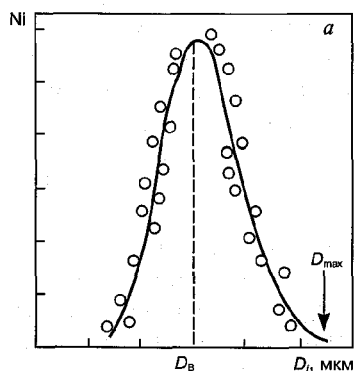
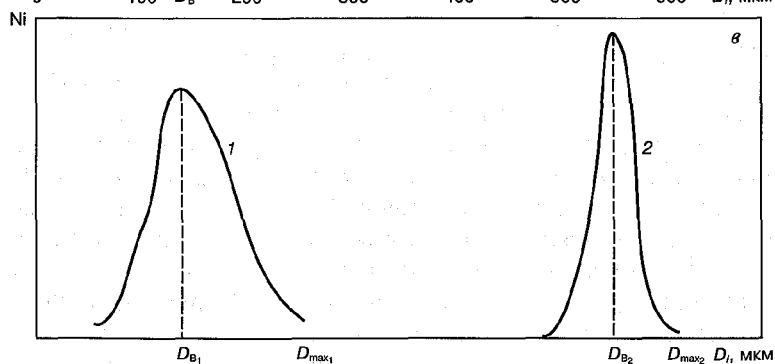
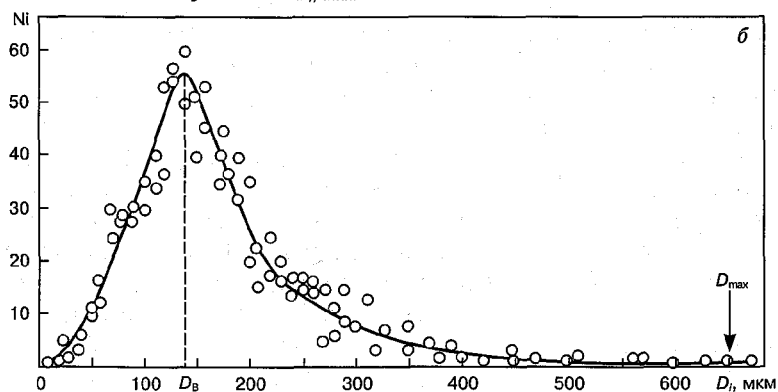


Рис. 12.3. Распределение зерен по размерам:
а — однородная микроструктура;
б — разнотермическая микроструктура;
в — зональная разнотермическая
(1 — зона мелкозернистая, 2 — зона крупнозернистая)



Кривые распределения зерен по размерам, полученным из замеров на плоских шлифах, не имеют характера кривых нормального распределения даже для однородной структуры [2]. Они всегда асимметричны и вытянуты со стороны зерен больших размеров. Симметричную форму кривых нормального распределения получают только в полулогарифмических координатах, поэтому значения D и D_v никогда не совпадают. Показатель, характеризующий удельную долю зерен, имеющих в сечении размеры, отличающиеся от средних, равен

$$\Delta D/D = \left[\sum_{i=1}^{K_{\max}} |\bar{D} - D_i| / \bar{D} N \right] 100 \%, \quad (12.1)$$

где $K_{\max}$ — общее число групп зерен разных размеров.

Для однородных структур $\Delta D/D \approx 30...35 \%$. Значения $\Delta D/D$, превышающие 30...35 %, свидетельствуют о разнотерности. За величину максимальных отклонений от наиболее вероятного размера D_v принимают величину, характеризующую степень асимметричности кривой распределения $D_{\max}/D_v$. Для случая равновеликих зерен это отношение составляет 2,5...3. Для разнотерных структур > 3 , а для груботерных доходит до 10...30 и даже больше.

Обе оценки разнотерности дополняют друг друга. Для огрубленных структур характерно то, что зависимость $S_i = f(D_i)$, где S_i — площадь, занимаемая зернами данного размера, изображается двумя отдельными кривыми с максимумами, разделенными значительным интервалом между зернами D_{v1} и D_{v2} (см. рис. 12.3). Чем больше разнотерность, тем больше этот интервал. Отношение площадей, занимаемых разными кривыми, характеризует долю площади, занимаемой крупными и мелкими зернами, а отношение $D_{\max(2)}/D_{\max(1)}$ — превышение размера самых крупных зерен над малыми.

Выбор на шлифе площади, на которой подсчитывают число и наиболее вероятный размер зерен для построения кривых $S_i = f(D_i)$ следует производить с учетом того, какой характер имеет разнотерность — зональный, строчечный или островковой.

В случае зональной и строчечной груботерности, в зависимости от конкретной цели, приведенный выше металлографический анализ можно вести отдельно для каждой из двух групп зерен (грубо- и мелкозернистых) или усредненный.

Вопросам природы разнотерности в сплавах на основе разных металлов (Al, Fe, Ni, Cu...), разного фазового и хими-

ческого состава, однофазных и стареющих сплавов посвящено огромное количество исследований зарубежных и отечественных ученых и практиков. Многие закономерности в настоящее время можно считать установленными. Вместе с тем многие особенности механизма остаются неясными, даже для давно существующих сплавов. Это тем более справедливо для вновь создаваемых сплавов на основе новых металлов и сплавов, все усложняющихся по составу.

Структурная неоднородность и особенно огрубление локальных объемов в готовых изделиях не поддаются исправлению и потому недопустимы. Поэтому меры борьбы с разнотернистостью и ее предотвращения должны, как правило, приниматься на заготовках или полуфабрикатах до их сборки в готовые изделия. Природа разнотернистости и огрубления структуры очень разнообразна и специфична для разных материалов и разных технологических способов их получения, включая и недеформационные.

В настоящее время ясно, что к основным факторам относятся: химический и фазовый состав деформируемого металла; соотношение между температурами рекристаллизации и распада твердых растворов; условия распада твердого раствора в процессе деформации; характеристики структуры дисперсных фаз; скорость их растворения при нагреве после охлаждения; температура, схема, степень и скорость деформации; условия трения между деформируемым материалом и стенками контейнера, ответственные за макронапряжения, возникающие в металле, их величину и знак [3].

Ниже подробнее рассмотрен вопрос о груботернистых структурах, образование которых наиболее сложно и многофакторно.

В настоящее время можно считать установленными следующие условия, при которых наиболее ярко проявляется огрубление структуры.

1. В сплавах, представляющих собой пересыщенные твердые растворы, распад которых осуществляется в процессе горячей деформации. Степень пересыщения должна быть относительно большой.

2. При нагреве на температуру, при которой идет относительно медленное растворение дисперсных частиц, ранее выделившихся в процессе горячей деформации.

3. Растворение не должно быть одновременным для всех дисперсных частиц. Скорость растворения дисперсных частиц должна быть меньше скорости миграции высокоугловых границ зерен.

Ниже приводятся экспериментальные факты, подтверждающие значимость соблюдения отмеченных выше условий.

В монографии рассматриваются лишь наиболее важные случаи огрубления структуры, дающие представление о сложности и многофакторности процесса и необходимости углубления представлений о взаимовлиянии множества факторов.

12.2. Зональная грубозернистость, связанная с распадом пересыщенного твердого раствора

Неоднородность структуры впервые привлекла к себе внимание при изучении влияния на структуру и свойства разных условий деформации.

Изучению закономерностей образования структурных неоднородностей в промышленных сплавах на основе алюминия, никеля, железа посвящены многие работы [1, 3, 4, 5 и др.]. В большинстве из них образование структурной неоднородности связывается с наличием и растворением при температуре рекристаллизационных отжигов различных дисперсных фаз. Но роль других факторов толкуется по-разному.

В.И. Добаткин с сотр. изучал рекристаллизацию в сложных алюминиевых сплавах, содержащих Al, Mg, Mn, Si, Fe, ..., Cu... В интервале температур нагрева после горячей деформации 500...550 °C в них наблюдалось резкое огрубление структуры. Авторы объяснили это растворением дисперсных частиц силицида магния и соединения типа Al_6Mn . Неравномерное распределение этих частиц и обусловленная этим неравномерность их коагуляции создают, по мнению авторов, возможность развития центров рекристаллизации в отдельных местах. Влиянию степени деформации и соотношению температур деформации и распада значения не придавалось.

Мак Лин [5] также связывал образование крупных зерен с растворением дисперсных фаз и объяснял это тем, что скорость растворения этих частиц много меньше скорости миграции границ зерен.

К.А. Малышев, один из немногих авторов, изучавших это явление на сталях, пришел к выводу, что любые виды обра-

ботки (термическая, пластическая деформация) изменяют форму и распределение частиц, препятствующих перемещению границ зерен. Характерный процесс зональной разнотекучести в стали показан на рис. 12.1.

Особое значение условиям деформации придавали Г.М. Морозовец с сотр. Они анализировали разнотекучесть сплавов типа нимоник после горячей прокатки в закрытых ручьях и после горячей осадки. Деформация горячей осадкой при небольших и средних степенях деформации привела к большей разнотекучести непосредственно после горячей деформации. При деформации в закрытых ручьях структура состоит из зародышей рекристаллизации, окружающих крупные соседние нерекристаллизованные зерна, т. е. случай незавершенной первичной рекристаллизации¹. Последующая термическая обработка устранила эту разнотекучесть. Крупные нерекристаллизованные зерна исчезали за счет роста новых рекристаллизованных зерен.

И.Л. Маевский [6] и Ф.Ф. Химушин [7] считали причиной разнотекучести малые критические степени деформации, но доказательств этому не приводили.

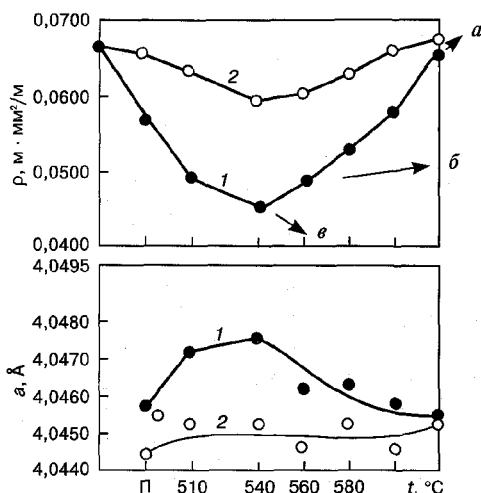
Весьма интересными оказались данные, полученные при прессовании сплавов на основе алюминия с разным содержанием Mn (0,3...1,3 %) [1]. Распад твердого раствора в этих сплавах идет с выделением фазы Al_6Mn и других фаз, включающих элементы, растворимые в алюминии хуже, чем марганец (Fe, Mg, Cu). Помимо металлографического наблюдения ширины и структурных особенностей ободка (см. рис. 12.1) в зависимости от содержания Mn, анализировали также электросопротивление и изменение периода решетки по сечению прессованного образца (рис. 12.4). Это позволило судить о степени распада твердого раствора (атомный радиус марганца меньше, чем у алюминия, поэтому при распаде период решетки раствора увеличивался, разные режимы предварительной термообработки обеспечивали разную степень распада твердого раствора до прессования) и соответственно изменять количество частиц Al_6Mn , выпавших непосредственно в ходе прессования.

Прутки из чистого алюминия и сплавы на его основе Al + 2,42 % Mg, Al + 3,8 % Cu, Al + 0,30 % + 1,38 % Mn подверга-

¹ Этот факт является еще одним доказательством того, что первичная рекристаллизация сопровождается образованием вакансий с небольшим увеличением удельного объема, чему препятствует деформация в закрытых ручьях.

Рис. 12.4. Зависимость электросопротивления и периода решетки сплава Al + 1,38 % Mn от режима обработки:

1 — периферийная зона;
2 — сердцевина; П, а, б, в — отжиг на разные температуры после прессования



лись прессованию при высокой температуре, близкой к температуре перехода из двухфазной в однофазную область. После прессования и последующего нагрева на разные температуры в интервале 400...500 $^\circ\text{C}$, крупнокристаллический ободок обнаружен не был. Очень слабо он был выражен лишь в сплаве с 0,30 % Mn. В чистом алюминии и в сплавах, содержащих малорастворимые в Al примеси, зерно в периферийной зоне оказалось даже мельче, чем в сердцевинной. При относительно больших содержаниях малорастворимых примесей (0,80 % Fe или Ni) огрубление возникало не в периферийной, а в центральной зоне слитка, а при деформации 40 % огрубление шло практически по всему сечению.

Далее была исследована температурная зависимость огрубления структуры по мере перехода из двухфазной области в однофазную. Важное различие заключалось в том, что в сплавах Al—Mn повышение температуры прессования уменьшало вероятность развития зональной разнотерности, а в сплавах Al—Fe, Al—Ni — наоборот.

Было установлено следующее важное наблюдение. В тех случаях, когда в периферийной зоне при нагреве после прессования образуется крупнокристаллический ободок, эта зона отличается своей травимостью непосредственно в прессованном состоянии. После травления она имеет особый матовый оттенок. В тех прутках, в которых при нагреве после прессования

ободок не образуется, непосредственно после прессования отсутствует и матовая зона. Этот факт сам по себе подтверждает, что хотя ободок, как правило, проявляется при нагреве под закалку (после деформации), условия его возникновения создаются уже при прессовании. Для того чтобы выяснить механизм формирования ободка, необходимо установить разницу в структуре периферийной и центральной зон прессованных прутков в деформированном состоянии (до последующего нагрева).

Измерения электросопротивления, а также периодов решет-ки твердого раствора, сплавов Al-Mn, содержащих 1,38 % Mn (см. рис. 12.4), показали, что в процессе прессования этих сплавов происходит распад твердого раствора, причем в периферийной зоне интенсивность распада была значительно больше, чем в сердцевинной, а ширина ободка увеличивалась. Кроме того, разница в интенсивности распада была тем больше, чем больше содержание Mn в сплаве. Объяснение этого факта заключается в том, что интенсивность распада в периферийной зоне больше. Наиболее правдоподобным является предположение, что это увеличение происходит за счет макронапряжений, возникающих при прессовании.

Условия пластического течения в поверхностных слоях деформируемой заготовки отличаются от условий течения во внутренних слоях из-за сил трения между инструментом и поверхностными слоями металла. При прессовании, экструзии, волочении и т.д., в зависимости от схемы и условий деформации, знак деформации в слоях металла, соприкасающихся с инструментом, должен быть разным во внешних и внутренних слоях.

Но если скорости пластического течения металла в разных объемах изделия различны, а температура деформации низка (ниже температуры рекристаллизации), то в изделии должны возникать упругие макронапряжения.

В тех случаях, когда определяющими в изменении формы изделия являются сжимающие усилия (осадка), слои металла, соприкасающиеся с инструментом, деформируются слабее, чем внешние, и потому в них возникают напряжения растяжения. В процессах волочения, прессования, экструзии, прокатки с инструментом соприкасаются внешние слои металла. Теперь в них возникают напряжения растяжения.

Если деформируемый сплав представляет собой пересыщенный однофазный раствор, то упругие макронапряжения долж-

ны сказаться на характере распада пересыщенного раствора. Если выделяющаяся фаза имеет удельный объем больше, чем матрица, то напряжения растяжения будут ускорять распад, а напряжения сжатия тормозить¹.

Условия пластического течения в поверхностных слоях и в объеме изделия различаются также из-за различий в температуре слоев изделия (заготовок), контактирующих с инструментом и самого инструмента. Например, при деформации нагретого металла холодным инструментом или инструментом, нагретым ниже температуры деформируемого металла, температура металла в приконтактных слоях снижается, и процессы динамического разупрочнения реализуются в меньшей мере или вовсе не реализуются. В результате, деформация в поверхностных слоях является промежуточной между горячей и холодной. Степень наклепа поверхности увеличивается, повышается плотность дислокаций.

Последеформационный нагрев металла с такой неоднородной по толщине структурой усиливает эту неоднородность. В наружных слоях проходит статическая первичная рекристаллизация, во внутренних — собирательная рекристаллизация зерен, образовавшихся при динамической рекристаллизации.

Принципиальный вопрос о роли макронапряжений и их влиянии на характер распада пересыщенных твердых растворов в процессе деформации и влиянии на последующую рекристаллизацию до сих пор не находил отражения в литературе и впервые высказывается в этой книге С.С. Гореликом.

Подтверждением того, что распад шел в ходе прессования, помимо матового цвета внешнего слоя являются данные о периоде решетки сплава с 1,38 % Mn. Непосредственно после прессования он оказался равным 4,0538 Å, вместо 4,0525 Å в сердцевине. Это свидетельствует о том, что в слоях, прилегающих к стенкам пресс-формы, имели место напряжения растяжения, поскольку в этих слоях из-за сил трения течение металла было слабее, чем в сердцевине. Твердость в периферийной зоне оказалась после прессования ниже, чем в сердцевине, видимо, также как следствие распада.

¹ Основным средством предотвращения или ослабления структурной неоднородности, вызванной силами трения между деформируемым металлом и инструментом, является уменьшение этих сил путем использования различных смазок.

Чтобы проверить важность наличия частиц дисперсных фаз перед термической обработкой, независимо от их происхождения, или какую роль играет их выделение из пересыщенного твердого раствора непосредственно в ходе деформации (прессования), был выполнен следующий эксперимент. Слитки сплава $Al + 0,7\% Mn$ перед прессованием гомогенизировали длительное время при $590^\circ C$ (50 ч) и при $500^\circ C$ (120 ч). В результате было получено разное содержание марганца в твердом растворе до деформации. В процессе отжига при $500^\circ C$ выделилось значительно большее количество частиц фазы Al_6Mn , чем в процессе отжига при $590^\circ C$. Крупнокристаллический ободок образовался только в прутках, гомогенизированных при $590^\circ C$. Когда дисперсные частицы практически были при отжиге перед прессованием растворены и твердый раствор перед прессованием был более пересыщен марганцем, распад шел в процессе прессования.

Таким образом, огрублению периферийных зон прессованных прутков при их отжиге после прессования способствует то, что отжигу предшествует интенсивный распад твердого раствора во время прессования. Размер частиц при этом оказался $< 0,3$ мкм, а среднее расстояние между частицами $1,0...1,2$ мкм.

Огрублению структуры в ободковой зоне способствует все то, что ведет к пересыщению твердого раствора перед прессованием и интенсификации распада непосредственно при деформации.

Оставался неясным вопрос, почему в алюминиевых прессованных сплавах с малорастворимыми добавками (Fe, Ni, Co...), где частицы вторых фаз выделяются при кристаллизации, а не в процессе прессования, огрубление структуры совершается в середине, а не в периферийных зонах прутка.

Для понимания этого различия следует учесть, что стабилизация структуры может быть обеспечена двумя факторами — стабилизирующей полигонизацией матрицы и дисперсными частицами.

Для стабилизирующей полигонизации благоприятнее условия в срединных участках сечения прутка, где деформация носит более ламинарный характер, поэтому для достижения необходимого эффекта стабилизации в этих областях нужно меньшее количество дисперсных частиц, чем в периферийной зоне, где пластическое течение более турбулентно и условия для стабилизирующей полигонизации менее благоприятны.

Кроме того, следует учесть, что в сплавах Al-Fe, Al-Ni и Al-Co частицы вторых фаз присутствуют до прессования, в отличие от сплавов Al-Mn. Эти частицы могут создавать локальные неоднородности в характере пластического течения матрицы. Поэтому условия для стабилизирующей полигонизации в средней части слитка будут более благоприятными в сплавах Al-Mn по сравнению со сплавами Al-Fe и др.

В сплавах Al-Fe, Al-Ni и Al-Co плотность дисперсных частиц по всему сечению прессованного прутка практически одинакова и определяется распределением частиц в слитке. Поэтому в периферийных слоях турбулентность пластического течения, усиленная наличием первичных дисперсных фаз, создает условия, благоприятные для рекристаллизации, но не для полигонизации.

В сплавах Al-Mn выделение частиц при прессовании идет преимущественно в периферийных слоях, причем тем интенсивнее, чем больше степень пересыщения раствора. Поэтому огрубление при последующем нагреве в этих сплавах протекает в процессе коалесценции и обратного растворения выделившейся ранее фазы преимущественно в периферийной зоне. Этому способствует увеличение содержания марганца, растворенного в сплаве, повышение температуры гомогенизации и понижение температуры прессования (однако это понижение не должно быть очень резким, чтобы не вызвать образования большого числа центров рекристаллизации). В срединных слоях прутка Al-Mn уже небольшого количества марганца достаточно, чтобы шел процесс стабилизирующей полигонизации.

В сплавах алюминия с железом и его аналогами при увеличении содержания второго элемента огрубление структуры сначала наблюдается в центральной части прутка (~ 0,15 % Fe или Ni). При дальнейшем повышении концентрации этих добавок возрастает количество и, вероятно, размеры частиц второй фазы, и их становится достаточно для огрубления структуры при нагреве в ободковой части прутка (~ 0,40 % Fe или Ni).

Исходя из подобных рассуждений, можно понять и влияние температуры прессования. В случае прессования при 500 °C огрубление в центральной части прутков сплавов Al-Fe, Al-Ni наблюдается при меньшей концентрации второго компонента, чем в случае прессования при 590 °C. Видимо, понижение температуры прессования затрудняет условия для

стабилизирующей полигонизации. Поэтому необходимо усилить действие второго стабилизирующего фактора — увеличить число дисперсных частиц. Если температура прессования становится столь низкой, что при нагреве легко возникает большое число центров рекристаллизации, огрубления не произойдет. Наибольшая величина зерна будет наблюдаться тогда, когда структура деформированного металла нерекристаллизована и стабилизирована, но при нагреве создаются условия для образования небольшого числа центров рекристаллизации при сохранении стабилизации остальной матрицы.

Недостаточный эффект стабилизации приведет к образованию большого числа центров и измельчению зерна, усиление эффекта стабилизации — к сохранению при отжиге упрочненной нерекристаллизованной структуры, т. е. к сохранению так называемого пресс-эффекта.

Нагрев сплава после прессования до 500, 510, 520 и 540 °C (изотермическая выдержка 1 ч) не вызвал существенных изменений в макроструктуре и рентгеновской картине по сравнению с прессованным состоянием. На периферии прутков сохраняется матовая зона. Рентгеноанализ свидетельствует о прошедшей первичной рекристаллизации. В центре образовалось однородное зерно, на периферии — зерна разного размера. Параллельное измерение электросопротивления и параметра решетки показало вместе с тем, что при нагреве до 540 °C идет дальнейший распад твердого раствора, причем на периферии он проходит более интенсивно. При 540 °C достигается наибольшая степень распада — электросопротивление имеет минимальное значение, а параметр решетки твердого раствора — максимальное.

После нагрева под закалку до 560 °C на периферии впервые появляется ободок и одновременно отмечается перелом на кривых зависимости электросопротивления и параметра решетки от температуры, свидетельствующий о начале растворения ранее выделившихся частиц второй фазы. Электросопротивление начинает расти, а период решетки падать (см. рис. 12.4).

Связь между образованием ободка и началом обратного растворения дисперсных фаз делает понятной зависимость температуры образования ободка от состава. На сплавах Al—Mn установлено, что с повышением содержания марганца температура образования ободка непрерывно повышается. Например, в сплаве с 0,56 % Mn ободок появляется при нагреве

на 500 °С, а в сплаве с 1,38 % Mn — на 560 °С. Это связано с тем, что при повышении количества растворенного марганца повышается температура, при которой в сплаве остается равное количество частиц Al_6Mn , и соответственно сдвигается температура начала интенсивного роста зародышей рекристаллизации.

Таким образом, *увеличение содержания марганца в сплаве не делает невозможным образование ободка, а лишь повышает температуру его образования.* Поэтому при сохранении неизменной температуры нагрева под закалку повышение содержания марганца может предотвратить образование ободка.

Вместе с тем можно понять и отсутствие ободка в сплаве с пониженным содержанием марганца (0,3 %) и, соответственно, с низкой температурой растворения Al_6Mn .

В прутке из сплава Al + 0,3 % Mn электросопротивление центральной и ободковой зон после прессования и после закалки с различных температур одинаково. Следовательно, в этом сплаве не происходит заметного распада твердого раствора во время прессования, так как температура прессования близка к температуре перехода в однофазную область. Соответственно, в этом случае нет условий для образования разнo-зернистой структуры в процессе первичной рекристаллизации. Таким образом, обобщение наблюдающихся закономерностей позволяет сделать вывод, что зависимость величины рекристаллизованного зерна от температуры прессования имеет вид кривой с максимумом.

Как объяснить в таком случае тот факт, что введение в сплав Al + 0,4 % Mn небольших количеств железа (0,3 % и больше), мало растворимого в алюминии, вызывает появление ободка? Можно предположить, что *в присутствии железа предельная растворимость марганца в алюминии уменьшается, и поэтому при том же содержании марганца в сплаве раствор становится более пересыщенным марганцем, чем в отсутствие железа.* Однако это объяснение нуждается в проверке.

Следует заметить, что в любом случае, когда деформация сопровождается распадом пересыщенного твердого раствора, последующий нагрев под закалку и растворение дисперсных фаз неизбежно вызовут интенсивную вторичную рекристаллизацию и огрубление структуры. *Последнее наблюдается в тех случаях, когда количество частиц дисперсной фазы достаточно велико, скорость их растворения по сравнению со скоростью*

миграции границ центров рекристаллизации мала, а температура отжига высока.

Большая скорость растворения дисперсных фаз при нагреве под закалку предотвращает огрубление структуры сплавов в $\text{Al} + 3,8\% \text{Cu}$ и Д16, не содержащих железа. Этот вывод подкрепляется данными, полученными на сплаве алюминия с растворенной в нем медью.

На рис. 12.5, а показана зависимость электросопротивления прессованного сплава $\text{Al} + 3,8\% \text{Cu}$ от температуры последующего нагрева под закалку. Прессование проводилось при 420°C , т. е. в двухфазной области, и сопровождалось оно интенсивным распадом твердого раствора. В отличие от сплавов $\text{Al}-\text{Mn}$, в которых распад не успевает полностью завершиться за время прессования, а минимум на кривой электросопротивления достигается при последующем нагреве до температур, несколько более высоких, чем температура прессования, в сплаве $\text{Al}-\text{Cu}$ уже за время прессования и последующего охлаждения распад успевает пройти полностью. Электросопротивление этого сплава минимально в состоянии после прессования. Нагрев выше температуры прессования сразу вызывает в сплаве $\text{Al}-\text{Cu}$ рост электросопротивления, т. е. обратное растворение дисперсных фаз. Растворение идет значительно интенсивнее, чем в сплавах $\text{Al}-\text{Mn}$, и практически заканчивается уже к 500°C , когда скорость миграции границ еще недостаточно велика.

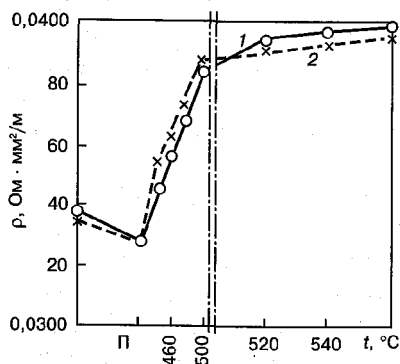


Рис. 12.5. Изменение электросопротивления прессованного сплава $\text{Al} + 3,8\% \text{Cu}$ в зависимости от температуры последующего нагрева: 1 - ободок; 2 - центр

Из этого следует, что различие в поведении сплавов $\text{Al}-\text{Mn}$ и $\text{Al}-\text{Cu}$ связано, прежде всего, с разной скоростью диффузионных процессов распада и растворения, т. е. с разной скоростью диффузии меди и марганца в алюминии. Известную роль играет и то, что температура перехода из двухфазной области в однофазную у сплавов $\text{Al}-\text{Cu}$ ниже, чем у сплавов $\text{Al}-\text{Mn}$, и потому при одинаковой температуре отжига степень превышения этой

температуры над температурой интенсивного растворения и коагуляции дисперсных фаз (ΔT) у сплава Al—Cu больше.

Необходимо вместе с тем подчеркнуть, что предлагаемая схема, по-видимому, не является универсальной.

До сих пор не рассматривались причины анизотропии формы зерен в огрубленной структуре. Анизотропия возникает в процессе роста и, следовательно, обусловлена анизотропией его скорости. Такая анизотропия, как известно, может быть связана с благоприятной ориентировкой растущих зерен относительно текстурованной матрицы или строчечным расположением частиц второй фазы. Роль этих факторов изучал Ю.С. Сафонов на сплаве Al + 0,22 % Ni. В грубозернистой структуре, образовавшейся при отжиге после прессования при 500 °С, для разных зерен определяли и ориентировки, и коэффициенты анизотропии формы — отношение их длины к ширине. Анализ показал, что зерна с направлением $\langle 210 \rangle$ вдоль оси прессования имеют наибольший коэффициент анизотропии, достигающий 8–12. По мере отклонения кристаллографического направления, ориентированного вдоль оси прессования, от направления $\langle 210 \rangle$ к направлениям $\langle 100 \rangle$ — $\langle 111 \rangle$ коэффициент анизотропии формы зерен, т. е. анизотропии скорости миграции границ, падает до 2–5.

На отмеченную анизотропию влияет также строчечность в расположении дисперсных фаз.

Таким образом, при невысоких температурах последеформационного нагрева анизотропия формы зерен в прессованных алюминиевых сплавах обусловлена совместным действием двух факторов: ориентационного (текстуры) и барьерного (строчечным расположением дисперсных частиц при большой их плотности).

Следует отметить, что, как показано в работах Ю.М. Вайнבלата [8], одним из эффективных путей ослабления эффекта огрубления структуры в алюминиевых сплавах в ряде случаев является уменьшение скорости горячей деформации. Вероятно он тоже не универсален, и его эффективность должна зависеть от большого числа факторов — влияния на микрооднородность деформации, на характер (однородность) и скорость распада и растворения дисперсных фаз, характер полигонизации и др.

Рассмотренные выше примеры относятся к случаю, когда в изделиях или полуфабрикатах предшествующей обработкой

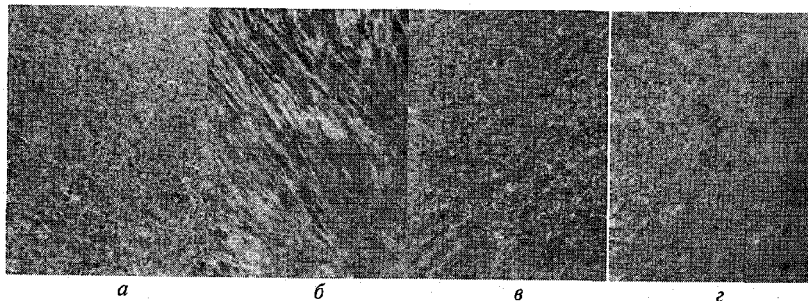
были полностью удалены следы литой структуры, за счет высоких степеней деформации и рекристаллизационного отжига, обеспечивших получение однородной микроструктуры.

Однако на практике возможны случаи, когда пруток после литья подвергается небольшой степени деформации, так что в нем отчетливо сохраняются следы литой структуры во внешней оболочке, состоящей из крупных иглообразных зерен, которые росли с большой скоростью в направлении перпендикулярном внешней поверхности, т. е. в направлении, максимального теплоотвода. Пример структуры широко известного стареющего жаропрочного сплава ЭИ 437 (типа нимоник) после литья и слабой горячей деформации показан на рис. 12.6.

Неудовлетворительные и плохо повторяемые свойства изделий из таких заготовок очевидны. Улучшение такой структуры может быть достигнуто с помощью термической обработки. При этом важно, что структура изменяется немонотонно с повышением температуры. Это подтверждает серия снимков и поясняющего текста на рис. 12.6.



Рис. 12.6. Немонотонное изменение структуры горячекатаной штанги из сплава ЭИ-437 (типа нимоник) при нагреве на разные температуры. Сверху — поперечное сечение темплета без нагрева; а, б, в, г — после нагрева: 1080 °С 8 ч (а), 1120 °С 2 ч (б), 1160 °С 1 ч (в) и 1200 °С 1 ч (г). Охлаждение после нагревов — на воздухе: 1080 °С — двухфазная область, интенсивное старение с выделением частиц когерентной фазы Ni_3Al ; 1120 °С — однофазная область, рекристаллизация не началась; в, г — однофазная область, интенсивная рекристаллизация



12.3. Структурная неоднородность в изделиях сложной формы, вызванная неоднородностью деформации

В изделиях или полуфабрикатах сложной формы при деформации часто не удается придать полуфабрикату и деформирующему инструменту такую форму, которая уменьшила бы градиент степени деформации в разных объемах изделия.

В результате микроструктура в разных объемах существенно различается. Это особенно сказывается при горячей деформации сплавов, в которых она сопровождается выделениями дисперсных фаз. В этом случае, в слабо деформированных объемах, рекристаллизация в ходе деформации может не реализоваться, тогда как в объемах, где степень деформации велика, в ходе деформации и последующего охлаждения могут реализоваться разные стадии рекристаллизации. Это не может не сказаться и на разном характере распада твердого раствора. Наглядным примером этого является [9] неоднородность микроструктуры и характера распада по толщине пера лопатки для газотурбинных двигателей из сплава ЭП800 на основе никеля (14 % Cr, 3 % Co, 4 % Al, 5 % W). Особенность этого сплава — распад твердого раствора в процессе горячей деформации и последующего охлаждения с выделением большого количества γ -фазы типа Ni_3Al изоморфной матрице. Различие в степени деформации по толщине заготовки наглядно иллюстрируется на модельном образце по изменению формы кольцевых меток (рис. 12.7). Видно, что степень деформации резко различается по толщине.

В результате, в слабо деформированных объемах рекристаллизация не реализовалась, тогда как в сильно деформированных (кольцевая метка приобрела форму эллиптической) — успела пройти рекристаллизация. Это резко сказалось и на форме выделений. В слабо деформированных нерекристаллизованных объемах частицы Ni_3Al явно когерентны матрице, практически одинаковы по размерам, форме, ориентировке, тогда как в рекристаллизованных объемах явно прошел процесс коагуляции. Наряду с резко укрупнившимися частицами, форма и ориентировка которых потеряли свое однообразие, видны частицы малых размеров (см. рис. 12.7). Соответственно отличаются и свойства в разных объемах.

Коагуляция, прошедшая в рекристаллизованном объеме, является еще одним доказательством того, что начальные стадии рекристаллизации сопровождаются образованием вакансий (см. гл. 4), которые и вызывают ускорение диффузии, лежащей в основе механизма коагуляции.

12.4. Структурная неоднородность, вызванная неоднородностью фазового состава

1. Сплав перед холодной деформацией содержит неоднородно распределенные частицы дисперсных фаз. Отжиг после деформации ведется при температурах, соответствующих растворению этих частиц, которые накладываются на миграцию границ зерен матрицы.

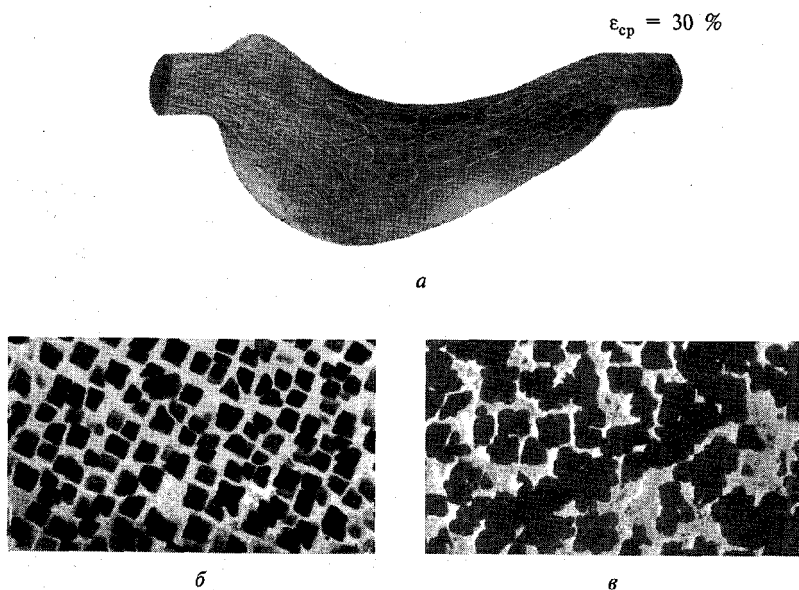


Рис. 12.7. Схема макета турбинной лопатки:

a — кольца — недеформированные области; эллипсы — деформированные области (увеличение степени овальности характеризует увеличение степени деформации); *б* — формы выделяющихся частиц типа Ni_3Al в слое деформированной нерекристаллизованной области; *в* — сильно деформированная рекристаллизованная область

При нагреве до температуры ниже температуры начала растворения дисперсных фаз микроструктура в участках изделия вблизи дисперсных фаз, особенно если они имеют большие размеры, и вдали от них будет существенно различаться. Вблизи включений условия пластического течения при деформации будут более турбулентными, дополнительно сказывается наклеп, вызванный разными коэффициентами термического расширения, что способствует созданию вокруг частиц мелких рекристаллизованных зерен. Вдали от частиц размер рекристаллизованных зерен однороднее и несколько крупнее.

С повышением температуры начинает сказываться растворение дисперсных частиц и ускорение миграции новых зерен. В зависимости от соотношения этих скоростей структура будет различной. Если скорость растворения меньше скорости миграции границ — возникнут условия для формирования грубозернистой структуры.

Если скорость растворения станет существенно выше скорости миграции границ, то возникнет однородная крупнозернистая структура.

2. Рекристаллизация доэвтектоидных сплавов содержит структурно-свободную избыточную фазу, и эта же фаза входит в эвтектоидные колонки. Этот процесс идет не одновременно. В структурно свободной фазе рекристаллизация начинается при более низких температурах. В эвтектоидных колонках — при более высоких температурах и сопровождается сфероидизацией пластинчатой фазы, ускоряемой вакансиями, образующимися при рекристаллизации.

Эффект сфероидизации проявляется особенно резко, когда существенно отличаются коэффициенты термического расширения фаз в эвтектоидных колониях. В этом случае быстрый нагрев вызывает фазовый наклеп и последующую рекристаллизацию, которая ускоряет диффузионные процессы и сфероидизацию пластинчатой фазы. Кроме перлита в доэвтектоидных сталях это имеет место, например, в сплавах $\text{Al} + \text{Si}$ (типа силумин). В них КТР алюминия примерно на порядок больше, чем у частиц кремния, выделяющегося из пересыщенного раствора ($22 \cdot 10^{-6}$ и $2,4 \cdot 10^{-6}$).

Выделения кремния имеют вначале пластинчатую и даже игольчатую форму. Но после двух-трех термоциклов вокруг температуры распада достигаются эффективная сфероидизация пластин кремния и повышение пластичности сплавов.

Из практики хорошо известно, что ширина крупнокристаллического ободка по длине прутка убывает по мере перехода от пресс-остатка к переднему концу. Это легко объяснить, если учесть, что у переднего конца металл периферийной зоны испытывает трение только в очаге деформации, т. е. в течение весьма малого отрезка времени. По мере перехода к пресс-остатку возрастает доля металла, испытывавшего также трение о стенки контейнера. В последнем случае время, в течение которого действовали силы, ускоряющие распад твердого раствора, было большим, и распад успел пройти с большей полнотой.

Важная особенность связана с характером текстуры. Для центральной части прессованных прутков характерна аксиальная текстура с направлениями $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$. В периферийной части прутка отмечается текстура прокатки, основные компоненты которой $\{110\}\langle 111 \rangle$, $\{100\}\langle 001 \rangle$ и $\{310\}\langle 001 \rangle$, т. е. вдоль оси прессования и в периферийной зоне зерна ориентированы в направлениях $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ или близких к ним. Углы разориентировки между соседними субзернами в разных компонентах текстуры мало различаются и относительно невелики ($\sim 1^\circ$).

После отжига, приведшего к образованию крупнокристаллического ободка, рентгенографически по эпиграммам определяли ориентировки отдельных зерен. Текстура прокатки сохраняется и в ободке. Все зерна в ободке группируются вокруг ориентировок $\{215\}\langle 120 \rangle$ и $\{435\}\langle 101 \rangle$.

Библиографический список к главе 12

1. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. — М.: Металлургия, 1978. — 565 с.
2. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. — М.: Металлургиздат, 1958. — 446 с.
3. Вайнблат Ю.М., Горелик С.С., Сагалаева Т.Б. // ФММ. 1971. Т. 32, вып. 4. — С. 874–876.
4. Горелик С.С. Структура и свойства металлов и сплавов: Деформация, последеформационный нагрев. — М.: Металлургия, 1970. (МИСиС, № 59).
5. Д. Мак Лин. Границы зерен в металлах. Пер. с англ. — М.: Металлургиздат, 1960. — 322 с.
6. Маевский И.Л. Обработка давлением жаропрочных сплавов. — М.: Машиностроение, 1964. — 123 с.
7. Химушин Ф.Ф. Жаропрочные стали и сплавы. — М.: Металлургия, 1962. — 672 с.
8. Вайнблат Ю.М., Родина И.П. // ФММ. 1973. — Т. 35, № 4. — С. 838–841.
9. Барабанов С.П., Горелик С.С. и др. Металлофизика. — Киев: Наукова думка. 1975. Вып. 61. — С. 92–96.

Глава 13

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ В МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ, СОДЕРЖАЩИХ СТРУКТУРНЫЕ НЕСОВЕРШЕНСТВА НЕДЕФОРМАЦИОННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

В главе 1 названы некоторые широко используемые материалы и изделия, содержащие структурные несовершенства недеформационного происхождения. Число типов структурных дефектов в них существенно меньше, чем в деформированных материалах. В большинстве случаев в таких материалах и изделиях какой-то вид несовершенств играет преобладающую роль. В порошковых материалах — это внутризеренные и межзеренные поры, в тонких пленках — тип текстуры и различие в субструктуре разных текстурных компонент, в материалах, облучаемых частицами высоких энергий, — точечные дефекты, их тип, концентрация и т. д. В каждом случае образование отмеченных дефектов, их поведение и технологические пути уменьшения их концентрации весьма специфичны.

В рамках настоящей монографии не представляется возможным детально рассмотреть эти вопросы. Поэтому ограничимся лишь двумя примерами: из области порошковых материалов — на важных магнитных материалах-ферритах и из области тонких пленок — на пленках кремния, получивших широкое применение в полупроводниковой электронике.

Эти примеры должны помочь читателю, рассмотрев природу других структурных несовершенств недеформационного происхождения, механизм их образования и поведения, самостоятельно разработать технологические пути предотвращения образования и ослабления их негативного влияния на свойства.

13.1. Порошковые материалы

Применение порошковых материалов началось еще в XIX в. в силу уникальности некоторых свойств [1, 2, 3]. К ним, в частности, относится пористость, позволившая создать изделия, обеспечивающие хорошую смачиваемость маслами и высокую абразивную стойкость трущихся деталей.

В настоящее время диапазон порошковых материалов и их применения огромен. Методами порошковой металлургии получают не только металлические материалы, но и диэлектрические и полупроводниковые. В большинстве случаев они обладают уникальными свойствами. Так, порошковые изделия с магнитными свойствами на основе диэлектрического соединения Fe_2O_3 в смеси с другими оксидами обладают сочетанием магнитных свойств с очень высоким электросопротивлением [4]. Это делает их незаменимыми для СВЧ техники. При этом на десятки процентов уменьшаются потери на вихревые токи и тепловыделение. Кроме экономической выгоды, это позволило обеспечить миниатюризацию многих устройств электронной техники.

Порошковая металлургия упростила получение изделий сложной формы, обеспечила прогресс в создании безотходной технологии. Обилие порошковых материалов разной физико-химической природы, с очень большим разнообразием свойств, по разному зависящих от типа структурных несовершенств, требует применения в каждом отдельном случае разных методов воздействия на микроструктуру и структурно-чувствительные свойства.

Но есть и общие принципы применения полного или частичного удаления разных структурных несовершенств, прежде всего таких, как пористость, разнотернистость. При этом важна не только концентрация данного типа дефектов, но и характер их расположения и взаимодействия с другими несовершенствами.

Ферриты

Воздействие на структурно-чувствительные свойства ферритов и придание необходимой формы изделиям из них методом пластической деформации практически исключено. Но

структурные несовершенства появляются в них во время технологических операций. Типы этих операций зависят от природы и фазового состава исходных порошков [4].

Порошки сложного химического состава получают часто с помощью твердофазного синтеза, неоднократно чередующихся процессов дробления, смешения и спекания, длительных отжигов, отличающихся температурой, скоростью и средой нагрева и охлаждения (окислительная, нейтральная и др.).

Коэрцитивная сила ферритов H_c тем больше, чем меньше размер зерен и больше пористость, начальная магнитная проницаемость μ_n . Срок службы магнитных головок тем больше, чем больше размер зерен и меньше пористость. От однородности размера зерен, пористости и наличия дисперсных частиц зависит форма петли гистерезиса и др. Особо сильное негативное влияние на многие важные свойства ферритов, в частности на начальную магнитную проницаемость μ_n и коэрцитивную силу H_c , оказывает внутризеренная пористость P [5]. На рис. 13.1, *a* показана зависимость μ_n для беспористого Mn-Zn-феррита (28,3 % MnO 19,2 % ZnO 52,5 % Fe₂O₃), а на рис. 13.1, *б* такая же зависимость для более сложного по составу Ni-Zn феррита (15 % Ni 36 % Zn 50 % Fe₂O₃) [6]. Видно, что до зерен размером ≈ 10 мкм μ_n интенсивно растет, а начиная с 10...15 мкм в Ni-Zn-феррите начинает резко снижаться. Анализ показал, что причиной этого является резкое увеличение концентрации внутризеренных пор. Аналогичное влияние оказывают внутризеренная пористость и величина зерна

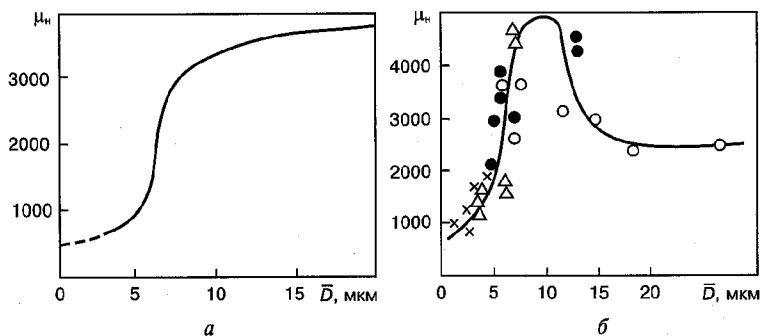
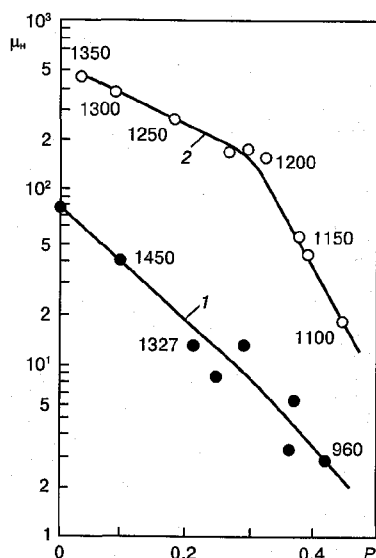


Рис. 13.1. Зависимость начальной магнитной проницаемости μ_n от среднего размера зерна:

a — Mn-Zn-феррит; *б* — Ni-Zn-феррит



в Ni-Zn-феррите на механические свойства [5, 6, 7] и срок службы ферритовых головок для магнитной записи разных сигналов [8] (рис. 13.2). Пористость резко снижает прочность на сжатие σ_1 и разрыв σ_2 Ni-Zn-феррита (рис. 13.3), она не должна в них превышать 0,1 %. Срок службы резко уменьшается для очень крупных пористых зерен, которые менее прочны, но более износостойки [4].

Рис. 13.2. Зависимость μ_n никелевых (1) и никель-цинковых (2) ферритов от пористости (цифры на кривых — температура спекания, °C)

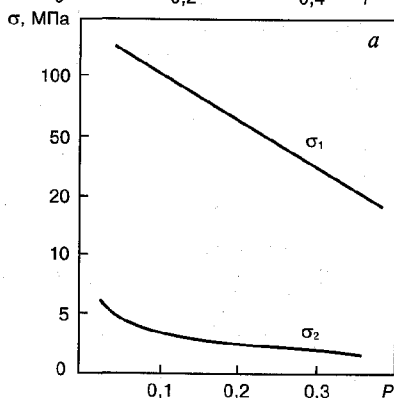
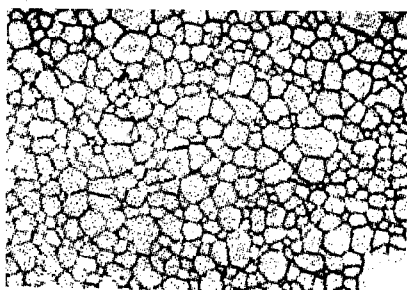
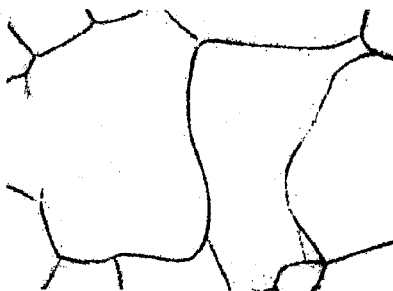


Рис. 13.3. Влияние пористости (а) и микроstructures (б, в) ферритов на механические свойства: σ_1 — прочность на сжатие; σ_2 — на разрыв



б



в

Таким образом, важнейшими характеристиками микроструктуры и типа структурных дефектов, влияющими на свойства ферритов, помимо их электронной структуры, являются прежде всего поры, а также величина зерна и степень однородности зеренной структуры.

Для управления этими характеристиками необходимо хорошее знание физико-химической природы и диаграмм состояния соответствующих веществ, характер возможных фазовых и структурных изменений при всех видах внешних воздействий, особенно термической обработки (температура, среда, скорость нагрева и связь с диаграммой фазовых состояний). Последнее особенно важно в связи с применением все более многокомпонентных ферритов. В этом случае однофазный феррит сложного состава получают из смеси разных оксидов путем твердофазного синтеза.

Наиболее ответственная стадия керамической технологии изготовления ферритов — высокотемпературное спекание. На этой стадии из порошковой заготовки формируется монолитный многокомпонентный поликристаллический материал с определенной микроструктурой, наличием и характером распределения дисперсных включений разных фаз и, что особенно важно для порошковой металлургии, с наличием и характером пор — открытых и закрытых, межзеренных и внутризеренных.

Открытая пористость представляет собой протяженные извилистые каналы, пронизывающие весь объем материала и выходящие на поверхность образца. Закрытые поры представляют собой замкнутые поры, изолированные одна от другой.

Поры, расположенные по границам зерен и в местах их стыков, называют *межзеренными*; поры, находящиеся внутри тела зерен, — *внутризеренными*.

Рассмотрим наиболее важные случаи.

Одним из основных источников внутризеренных пор является так называемый *эффект Киркендала*. Он имеет место при спекании феррита, образованного несколькими оксидами, отличающимися химическим составом, и связан с разной скоростью встречной диффузии разных химических элементов в процессе спекания.

При спекании в контакте находятся два разных феррита (две фазы), назовем их Φ_1 и Φ_2 , которые содержат разные

количества компонентов; например, в фазе Φ_1 — компонента A , а в фазе Φ_2 — B . При нагреве на температуру, при которой скорость диффузии становится значительной, начнется встречная диффузия компонентов A и B под влиянием градиента концентраций. Скорости диффузии разных компонентов различны и тем сильнее, чем больше различаются прочность химической связи и атомные (ионные) радиусы.

Если коэффициент диффузии D_A в $\Phi_2 > D_B$ в Φ_1 , значит, из фазы Φ_1 в единицу времени будет уходить большее количество атомов A , чем приходящее из фазы Φ_2 количество атомов B .

Если оба диффундирующих компонента занимают позиции замещения, то в фазе Φ_1 возникнут вакансии. При большой разнице в скорости диффузии и длительности пребывания при температуре нагрева количество вакансий в фазе Φ_1 будет так велико, что образуются поры.

Тот факт, что на практике в ферритах сложного состава, образованных из нескольких окислов, поры встречаются чаще, подтверждает справедливость такого объяснения.

Одним из основных способов уменьшения пористости является резкое замедление миграции границ зерен феррита в процессе твердофазного синтеза и спекания, реализуемых при высокой температуре. Длительность этой выдержки должна быть такой, чтобы межзеренные поры и основная часть внутризеренных пор успели за это время пройти диффузией вакансий, образующих пору, в границы и за пределы образца [5].

Одним из способов, проверенных на нескольких марках ферритов, является так называемый двухстадийный синтез. Смысл его в том, что при первом спекании один из оксидов вводится в шихту не полностью (меньше, чем требуется для данного феррита на 10...15 %), и он должен быть таким, чтобы один из его основных компонентов диффундировал в феррит с большей скоростью, чем атомы из феррита в этот оксид.

После первого спекания, дробления и т. д. недошихтованный оксид вводится в шихту и ведется завершающий отжиг. Быстро диффундирующие из него атомы вытесняют вакансии из феррита (рис. 13.4). В случае магниево-марганцевых ферритов таким оксидом является окись магния, в литиево-марганцевых — окись марганца, в марганцево-цинковом феррите — окись цинка. Обоснованный выбор дошихтуемого вещества очень важен.

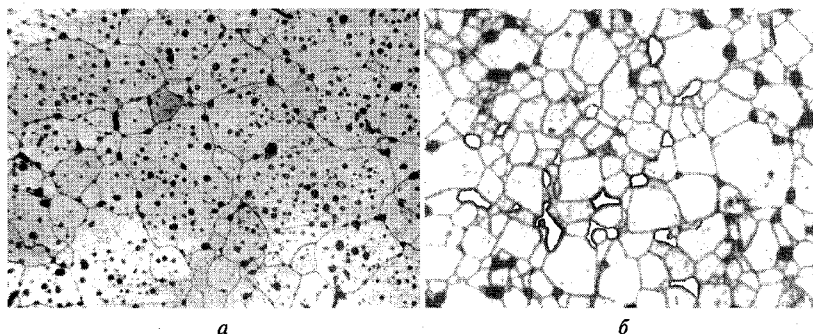


Рис. 13.4. Микроструктура феррита 2000НН после отжига:
а — с большой внутризеренной пористостью (без добавки дисперсных термически устойчивых частиц); *б* — с очень малой внутризеренной пористостью (с добавкой частиц)

Другой способ связан с введением небольшого количества оксида, образующего с другими компонентами легкоплавкую эвтектику. Зерна оказываются окруженными тонким слоем жидкой фазы (рис. 13.5), через которую вакансии удаляются с большой скоростью. При охлаждении жидкая прослойка кристаллизуется. Этот способ пригоден, если от готового материала не требуются высокие механические свойства. Подробнее этот вопрос рассматривается в [5].

Ясно, что состав и количество вводимых частиц или жидкой фазы должны быть такими, чтобы не ухудшить основные параметры феррита. Чем больше поверхность границ зерен (чем меньше их размеры) и чем больше длительность времени, в течение которого границы не будут мигрировать, тем эффективнее будет уменьшение пористости.

Другой, менее распространенный, способ заключается в том, чтобы добавить в основной порошок перед заключитель-



Рис. 13.5. Микроструктура феррита с примесью, образующей легкоплавкую эвтектику, после жидкофазного спекания и охлаждения

ным отжигом небольшое количество оксида, ионы которого существенно больше по размеру ионов основного феррита. При заключительном отжиге растворение крупных легирующих ионов создает напряжение сжатия в решетке основного феррита, которое будет вытеснять поры (вакансии).

В однородном сплаве рост зерна с повышением температуры идет монотонно. Но если раствор пересыщен, то при нагреве на температуру, при которой начинается его распад из объемов, примыкающих к границам зерен, миграция последних замедляется или даже прекращается.

С дальнейшим повышением температуры структурные изменения будут совершаться по-разному, в зависимости от скорости растворения выделившихся ранее дисперсных фаз. Если они растворяются быстро и однородно, то восстановится и однородный рост зерен. Если же растворение дисперсных фаз будет идти медленно и неоднородно (неравномерно), то возникнут условия для предпочтительного роста отдельных зерен (см. гл. 7). Возникнет островная разнотернистость. И чем большей будет разница между крупными и мелкими зернами, тем большей будет движущая сила роста крупных зерен и разница в скорости их роста и роста мелких зерен. Быстро мигрирующие границы будут преодолевать препятствия дисперсных частиц и пор, оставляя их в объеме зерен. Поэтому важным условием является недопущение распада твердого раствора и разнотернистости. Это значит, что эффективность метода будет выше, если состав феррита будет находиться при всех температурах в пределах однофазной области.

Но в ряде случаев при термообработке ферритов на воздухе, даже если при первом отжиге (ферритизации) состав оказался однофазным, при завершающем отжиге на воздухе в феррите может произойти процесс окисления. Тогда состав феррита при более низких температурах может оказаться в двухфазной области, и при охлаждении в интервале более низких температур произойдет распад твердого раствора, как правило неоднородный, возникнут центры вторичной рекристаллизации и разнотернистость, которые плохо влияют на свойства.

Вариантов торможения миграции границ для вывода в границы из объема зерен вакансий и пор и далее из образца много, и они различны для материалов разного состава и различного функционального назначения.

В работе [5] был использован метод торможения миграции границ зерен ферритов за счет введения мелкодисперсной фракции того же состава, что и получаемый феррит, но спеченной предварительно при более высокой температуре, чем основной материал по стандартному режиму. Это обеспечило ее более высокую термическую стабильность. Оптимальное количество мелкодисперсной фракции составляло примерно 10 % (масс). Были выбраны ферриты двух составов: феррит марки 5ВТ с прямоугольной петлей гистерезиса, в котором поры ухудшают форму петли гистерезиса, и высокопроницаемый феррит марки 2000 НН, в котором поры ухудшают магнитную проницаемость.

Дисперсная часть ферритов была введена перед последним дроблением и прессованием образцов нужной формы и последним спеканием. Продолжительность последнего отжига была не намного больше стандартной.

Микроструктура феррита 2000 НН без добавки дисперсных частиц (а) и с этими частицами (б) после отжига (1160 °С, 12 ч) приведена на рис. 13.4. Резкое уменьшение числа пор в образце с высокодисперсной фракцией очевидна. Аналогичный вид имела и микроструктура феррита 5 ВТ для двух технологических вариантов. Свойства ферритов обеих марок с введенной частью дисперсных частиц оказались существенно выше. Для феррита 5 ВТ величина полезного сигнала возросла на 20 %, начальная магнитная проницаемость у феррита 2000 НН увеличилась с 2060 до 2400 Гс/э.

Другой способ, названный двухстадийным синтезом, описан выше.

13.2. Текстура и субструктура поликристаллических пленок кремния

Поликристаллические пленки кремния (ППК) находят широкое применение в разных областях электронной техники. Оптимизация свойств этих пленок осуществляется чаще всего эмпирическим подбором режимов осаждения и в ряде случаев с помощью последующей термообработки. При этом получаемые пленки могут существенно различаться по характеру формирующейся структуры, текстуры, а как следствие и по свойствам. Важно понимание зависимости механизма формирова-

ния микроструктуры, субструктуры и типа текстуры ППК от условий получения и установления возможных путей управления указанными параметрами структуры. Проиллюстрируем это на примере ППК толщиной до 100 мкм, наращенных при термическом восстановлении тетрахлорсилана (SiCl_4) водородом на монокристаллических подложках кремния, покрытых слоем термического диоксида кремния (SiO_2) толщиной ~ 2 мкм [9]. Температура подложки изменялась от 1150 до 1200 °С, содержание SiCl_4 в парогазовой смеси (ПГС) — от 1 до 10 % (мол.), время осаждения — от 1 до 60 мин; скорость роста пленок при этом находилась в пределах 1...2 мкм/мин. Остальные параметры процесса поддерживались неизменными.

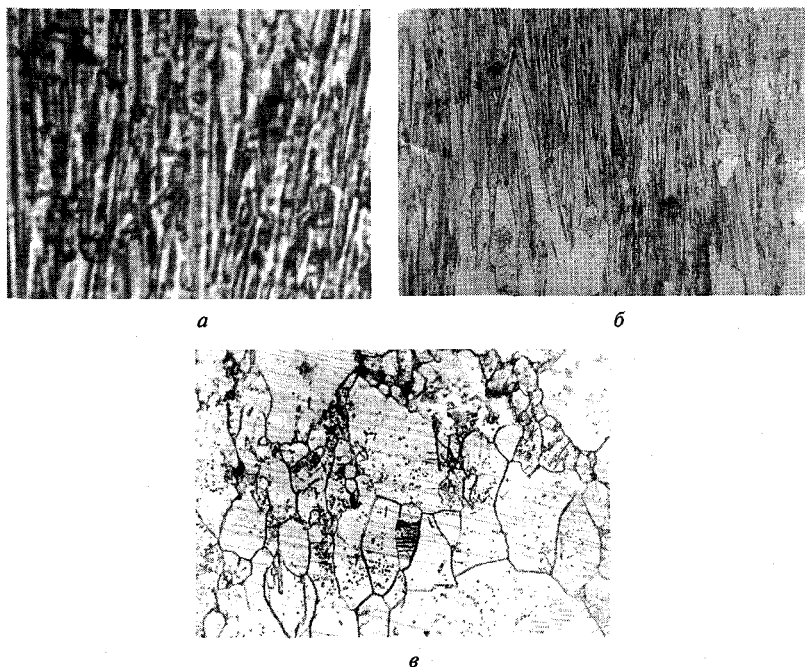


Рис. 13.6. Изменение микроструктуры в слоях ППК, примыкающих к подложке после разных режимов обработки:

a — столбчатая форма зерен непосредственно после осаждения из газовой фазы (SiCl_4); *б* — образование отдельных крупных анизотропных по форме зерен в результате конкурентного роста после отжига при 1200 °С; *в* — крупнозернистая столбчатая микроструктура после отжига при 1300 °С, образовавшаяся в результате конкурентного роста зерен нескольких текстурных компонент за счет основной массы мелких зерен (частично еще сохранившихся) других текстурных компонент

ППК исследовались методами оптической и сканирующей электронной микроскопии, трансмиссионной электронной микроскопии тонкой фольги, рентгеновской дифрактометрии.

В общем случае, при осаждении толстых пленок из газовой фазы процесс состоит из трех следующих стадий:

- образование в непосредственно примыкающем к подложке бестекстурном слое столбчатой структуры зерен (рис. 13.6, а);
- конкурирующий рост зерен различных ориентировок при последующем нагреве, сопровождающийся возникновением разноразмерности и аксиальной текстуры (рис. 13.6, б);
- рост зерен преобладающих ориентировок (сформировавшийся к концу конкурирующего роста), приводящий к совершенствованию текстуры и образованию преимущественно крупных зерен.

В зависимости от условий роста (температуры подложки и пересыщения в газовой смеси, которое напрямую связано с содержанием тетрахлорида кремния) толщина слоя, формирующегося на первой стадии, может изменяться от долей микрона до 15 мкм, а на второй стадии составлять до 15...35 мкм.

Тип текстуры, образующейся в процессе увеличения толщины пленки к концу второй стадии, существенно зависит от температурно-концентрационных параметров процесса. Это

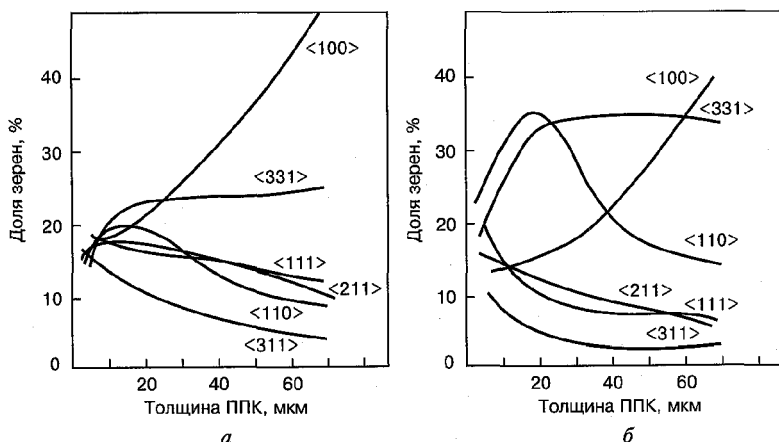


Рис. 13.7. Изменение долей (%) разных текстурных компонент ППК, выращенных при $t_{\text{подл}} = 1200^\circ\text{C}$, в зависимости от толщины пленки. Концентрация SiCl_4 в парогазовой смеси C_{SiCl_4} : а — 1% (мол.); б — 3% (мол.)

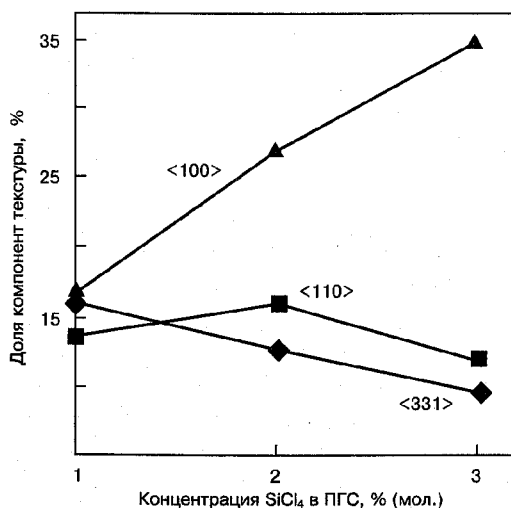


Рис. 13.8. Влияние температуры и пересыщения парогазовой фазы на долю разных текстурных компонент по толщине пленок кремния

утверждение иллюстрируется данными, приведенными на рис. 13.7, 13.8, где показано изменение степени текстурованности (долей компонент текстуры) пленок по мере увеличения их толщины и содержания SiCl_4 в ПГС.

Анализ результатов позволяет отметить две особенности. Первая — преобладающая текстурная компонента к концу второй стадии может быть различной в зависимости от температуры подложки и содержания SiCl_4 . Так, при высокой температуре подложки (1200°C) и малых содержаниях SiCl_4 (1 % (мол.)) преобладает текстурная компонента с ориентировкой <100>, зерна которой являются наиболее совершенными. Повышение содержания SiCl_4 , а также понижение температуры подложки создают условия для предпочтительного развития текстурной компоненты <110>. Ее структура является наиболее дефектной. При промежуточных температурно-концентрационных условиях возрастает вклад ориентировки <111>. По вероятности образования, в зависимости от условий роста, текстурные компоненты разбиваются на две группы. При увеличении или уменьшении доли компоненты <100> синхронно с ней изменяются и доли ориентировок <111>, <211> и <311>, а доли составляющих <110> и <331> изменяются в противоположном направлении (см. рис. 13.8).

Проведенные затем электронно-микроскопические исследования тонкой фольги показали, что объемы материала с раз-

личными ориентировками, т. е. с разными текстурными компонентами, существенно различаются типом и плотностью структурных дефектов кристаллического строения — субструктурой (табл. 13.1). Зерна ориентировки $\langle 100 \rangle$ наименее дефектны, они практически не содержат двойников и дефектов упаковки и либо практически бездефектны, либо содержат дислокации и их скопления (см. рис. 13.6, а). Наименее совершенна субструктура компонент $\langle 110 \rangle$ и $\langle 331 \rangle$, они отличаются повышенной плотностью двойников и дефектов упаковки, при этом в компоненте $\langle 331 \rangle$ их плотность несколько ниже, чем в $\langle 110 \rangle$ (см. табл. 13.1). Компоненты $\langle 111 \rangle$ и $\langle 311 \rangle$ содержат как дислокации, так и дефекты упаковки и двойниковые границы, плотность которых значительно ниже, чем в компонентах с ориентировками $\langle 110 \rangle$ и $\langle 331 \rangle$. Таким образом, в общем случае степень дефектности участков с различными ориентировками убывает в ряду $\langle 110 \rangle - \langle 331 \rangle - \langle 111 \rangle - \langle 100 \rangle$.

Таблица 13.1. Характеристики субструктуры различных текстурных компонент

Ориентировка	Локальная плотность дислокации, см^{-2}	Плотность двойниковых границ и дефектов упаковки, см^{-1}
$\langle 100 \rangle$	До $3 \cdot 10^8$	—
$\langle 111 \rangle$	До $3 \cdot 10^8$	$4 \cdot 10^3$
$\langle 331 \rangle$	—	$1,5 \cdot 10^4$
$\langle 110 \rangle$	—	$4 \cdot 10^4$

Для компонент текстуры приведенного выше ряда оценены значения удельной избыточной свободной энергии. В общем случае суммарную свободную энергию можно представить в виде $E_{\text{св}} = E_{\text{д}} + E_{\text{у}} + E_{\text{п}}$, где $E_{\text{д}}$, $E_{\text{у}}$ и $E_{\text{п}}$ — компоненты свободной энергии, связанные с дефектами кристаллического строения, упругой деформацией и поверхностной энергией. Вклад $E_{\text{д}}$ был оценен на основании данных об удельной энергии дефектов кристаллического строения и о плотности этих дефектов (см. табл. 13.1). Данные о величине упругой деформации в пленках, полученные методом комбинационного рассеяния, позволили оценить вклад $E_{\text{у}}$. Поверхностную энергию оценивали исходя из огранки растущих поверхностей плотно упакованными плоскостями $\{111\}$. Полученные данные удель-

ной избыточной свободной энергии составили 240, 90, 30 и 4 МДж/см³ для компонент текстуры $\langle 110 \rangle$, $\langle 331 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$ соответственно.

Таким образом, объемы двух полярных по характеру и плотности дефектов ориентировок $\langle 100 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$ резко различаются по значениям удельной свободной энергии.

Подавляющая часть двойниковых границ и дефектов упаковки в зернах с ориентировками $\langle 110 \rangle$ и $\langle 331 \rangle$ залегает по плоскостям $\{111\}$, расположенным перпендикулярно плоскости подложки. В стационарных условиях роста они наследуются в зерне по мере увеличения толщины пленки. А поскольку, как показали проведенные в сканирующем электронном микроскопе исследования морфологии поверхности пленки, в процессе роста зерна ограняются плотно упакованными плоскостями $\{111\}$, то на фронте роста зерен $\langle 110 \rangle$ и $\langle 331 \rangle$ будут образовываться и стабильно существовать так называемые входящие углы, обеспечивающие повышенную скорость роста. В зернах же других ориентировок (кроме $\langle 110 \rangle$ и $\langle 331 \rangle$) плоскости $\{111\}$ оказываются наклоненными по отношению к направлению роста, и поэтому их рост приводит к исчезновению образовавшихся в них двойниковых границ и дефектов упаковки. Зерна с ориентировкой $\langle 100 \rangle$, ограненные плоскостями $\{111\}$, имеют наиболее равновесную форму роста.

Таким образом представляется, что при более равновесных условиях роста (высокие температуры подложки и малые пересыщения — малые содержания SiCl_4 в ПГС) основную роль играет термодинамический фактор, и по теории Гиббса в первую очередь будут выживать и расти кристаллы, обладающие минимальными значениями избыточной энергии и наиболее равновесными формами роста. Этому условию соответствуют зерна с ориентировкой $\langle 100 \rangle$, растущие по слоевому механизму и ограненные плоскостями $\{111\}$. Зерна $\langle 111 \rangle$ также имеют равновесную форму роста, однако избыточная свободная энергия в них выше, чем в зернах $\langle 100 \rangle$; по этой причине они менее конкурентоспособны. С увеличением пересыщения (повышение содержания SiCl_4 в ПГС и понижение температуры подложки) в зернах с ориентировкой $\langle 100 \rangle$ происходит искривление растущей грани, сопровождающееся увеличением на ней плотности моноатомных ступеней. При дальнейшем увеличении пересыщения наклон растущих граней в зернах

<100> возрастает настолько, что после определенного предела размер торцов ступеней на них может стать больше моноатомных размеров. Это равносильно возникновению новых несингулярных граней, что приведет к увеличению поверхностной энергии зерен <100>, а следовательно, дальнейший рост их станет термодинамически невыгодным и сменится ростом зерен <110>. В этих условиях зерна с ориентировкой <110>, имеющие входящие углы на поверхности роста, будут иметь большую скорость роста и в силу этого будут более конкурентоспособными. При больших пересыщениях анизотропия скоростей роста различно ориентированных зерен будет усиливаться. Этот фактор можно назвать кинетическим.

Приближение условий роста к равновесным — повышение температуры подложки и уменьшение пересыщения в газовой фазе, т.е. усиление роли термодинамического фактора, способствует формированию структуры с преобладающими ориентировками <100> и <111>, характеризующимися минимальной энергией и повышенным структурным совершенством. Повышение пересыщения в газовой фазе, а также понижение температуры подложки создают условия для ускоренного роста зерен метастабильных ориентировок <110> и <331> с повышенной внутренней энергией и большой плотностью структурных дефектов.

Библиографический список к главе 13

1. Джан В.Д. Основы порошковой металлургии (прессование и спекание): Пер. с англ. — М.: Мир, 1965. — 458 с.
2. Кипарисов С.С., Павлов В.А., Щербина В.В. Обработка давлением порошков цветных металлов. — М.: Металлургия, 1977. — 278 с.
3. Гегузин Я.Е. Физика спекания. — М.: Наука, 1967. — 360 с.
4. Третьяков Ю.Д., Олейников Н.Н., Граник В.А. Физико-химические основы термической обработки ферритов. — М.: МГУ, 1967. — 360 с.
5. Горелик С.С., Бабич Э.А., Летюк Л.М. Формирование микроструктуры и свойств ферритов в процессе рекристаллизации — М.: Металлургия, 1984. — 110 с.
6. Бозорт Р. Ферромагнетизм: Пер. с англ. — М.: ИЛ, 1956. — 784 с.
7. Смит Я., Вейн Х. Ферриты: Пер. с англ. — М.: ИЛ, 1962. — 504 с.
8. Прокошкин Д.А., Степанов Ю.А., Быков Ю.А., Рыбкин В.А. — М.: Металлургия, 1971. — 126 с.
9. Горелик С.С., Сафонов Ю.С., Сагалова Т.Б. и др. // Известия Академии наук Киргизской ССР. 1986. — № 6. — С. 42–47.

Научное издание

**ГОРЕЛИК Семен Самуилович
ДОБАТКИН Сергей Владимирович
КАПУТКИНА Людмила Михайловна**

**РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

(под научной редакцией профессора С.С. Горелика)

Редактор *О.В. Иванова*
Корректор *Э.В. Назидзе*
Оригинал-макет выполнен *А.А. Космыниной*

ИБ-65

ЛР № 020777 от 13.05.98
Подписано в печать 01.09.2005. Формат бумаги 60×90 1/16
Бумага офсетная № 1. Печать офсетная.
Печ. л. 27. Уч. изд. л. 29,15. Тираж 1000 экз.
Изд. № 188/090-А Заказ № 9747

• МИСИС • 119991, ГСП Москва, В-49, Ленинский проспект, 4

Отпечатано в соответствии с качеством предоставленного
оригинал-макета в «ППП «Типография «Наука»
121099, г. Москва, Г-99, Шубинский пер., 6