

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Уфимский государственный авиационный технический университет»**

Р. Г. ЗАРИПОВА

**РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ
В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ**



Уфа 2022

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Уфимский государственный авиационный технический университет»

Р. Г. ЗАРИПОВА

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ

*Допущено Редакционно-издательским советом УГАТУ
в качестве учебного пособия для студентов
очной и заочной форм обучения,
обучающихся по направлению подготовки магистров
28.04.02 Наноинженерия*

Учебное электронное издание сетевого доступа

© УГАТУ
ISBN 978-5-4221-1624-9

Уфа 2022

Рецензенты:

*заведующий кафедрой технологических машин и оборудования УГНТУ
д-р техн. наук профессор И. Р. Кузеев;
заведующий лабораторией Института проблем сверхпластичности
металлов РАН д-р техн. наук профессор Р. Я. Лутфуллин*

Зарипова Р. Г.

Рекристаллизация в металлах и сплавах : учебное пособие [Электронный ресурс] / Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. – Уфа : УГАТУ, 2022. – URL: https://www.ugatu.su/media/uploads/MainSite/Ob%20universitete/Izdateli/El_izd/2022-179.pdf

Приведены основные закономерности формирования структуры в металлах и сплавах в процессе деформации и последующего нагрева, а также при совмещении деформации и нагрева. Рассмотрена связь микроструктуры с условиями деформации.

Составлено в соответствии с учебной программой дисциплины «Рекристаллизация металлов и сплавов» и предназначено для студентов, обучающихся по направлению подготовки магистров 28.04.02 Наноинженерия. Пособие также может быть полезным для студентов других направлений, учебные планы которых содержат дисциплины материаловедческого и технологического характера.

При подготовке электронного издания использовались следующие программные средства:

- Adobe Acrobat – текстовый редактор;
- Microsoft Word – текстовый редактор.

Автор *Зарипова Рида Гарифьяновна*

Корректурa *Р. М. Мухамадиева*

Программирование и компьютерный дизайн *О. М. Толкачёва*

Все права защищены. Книга или любая ее часть не может быть скопирована, воспроизведена в электронной или механической форме, в виде фотокопии, записи в память ЭВМ, репродукции или каким-либо иным способом, а также использована в любой информационной системе без получения разрешения от издателя. Копирование, воспроизведение и иное использование книги или ее части без согласия издателя является незаконным и влечет уголовную, административную и гражданскую ответственность.

Подписано к использованию: 26.08.2022

Объем: 3,22 Мб.

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет»

450008, Уфа, ул. К. Маркса, 12.

Тел.: +7-908-35-05-007

e-mail: rik@ugatu.su

ОТ АВТОРА

Проблемам возврата и рекристаллизации в металлах и сплавах посвящено огромное количество работ, регулярно проводятся международные конференции по этой тематике. Классические монографии С. С. Горелика с соавторами (которая претерпела 4 издания), Ф. Хесснера, Ф. Дж. Хамфри, М. Хазерли, многочисленные работы Х. Дж. Мак Квина, С. М. Селларса, работы научных школ проф. М. Л. Бернштейна, проф. О. А. Кайбышева и др. широко используются учеными и специалистами для управления структурой и свойствами материалов. В то же время в пределах учебного курса «Рекристаллизация металлов и сплавов» магистрантам или аспирантам трудно оперировать таким огромным количеством теоретического и экспериментального материала. В связи с этим в настоящем учебном пособии предпринята попытка системного изложения учебного материала по дисциплине.

При составлении учебного пособия наряду с перечисленными выше работами были использованы современные достижения Уральской и Томской научных школ в изучении деформированной и рекристаллизованной структуры.

Автор учебного пособия выражает благодарность академику РАЕН О. А. Кайбышеву, коллегам из Института проблем сверхпластичности металлов РАН и Института физики перспективных материалов при УГАТУ, а также профессору МИСИС С. В. Добаткину за полезные замечания при обсуждении рукописи.

ВВЕДЕНИЕ

Рекристаллизация – самый распространенный из процессов, формирующих структуру металлов и сплавов, а тем самым и структурно чувствительные механические и физические свойства и их анизотропию. В материалах, не испытывающих фазовой перекристаллизации, деформация и последующая рекристаллизация являются единственным средством изменения структуры.

Процесс рекристаллизации охватывает широкий круг структурных изменений, которые совершаются при нагреве металла (сплава) и приводят к уменьшению свободной энергии системы. Эти процессы заключаются в *замене деформированных зерен с повышенной энергией зернами той же фазы*, но с меньшей энергией.

На первых порах рекристаллизация интересовала металловедов главным образом как процесс, ответственный за формирование микроструктуры деформированных металлов и сплавов при их нагреве. Поэтому основное внимание уделялось изучению размеров зерен после деформации и нагревов по разным режимам. Графики, выражающие зависимость размеров зерен от режимов обработки, получили название *диаграмм рекристаллизации*. Работа над созданием диаграмм рекристаллизации непрерывно продолжается с созданием новых сплавов, новых технологических режимов деформации и нагрева.

Вопросы, связанные с проблемой рекристаллизации можно разделить на три основные группы:

I. Механизм и движущие силы процессов образования и роста зародышей рекристаллизации, а также механизм и движущие силы роста зерен вообще.

II. Механизм формирования микроструктур, которые мы условно назовем структурами специального типа: текстурованных, разномерных, крупномерных, округленных.

III. Закономерности и механизм влияния химического и фазового состава сплавов на температурный уровень и скорость рекристаллизации и на вид диаграмм рекристаллизации.

Среди вопросов, требующих изучения, можно назвать следующие кардинальные вопросы теории рекристаллизации, например:

- механизм и движущие силы образования центров (зародышей) рекристаллизации и их роста;
- особенности рекристаллизации после деформации при высоких температурах; роль поверхностной энергии на разных стадиях рекристаллизации;

- механизм и движущие силы рекристаллизации после критической степени деформации, причины образования разнотелности и огрубления структуры;

- механизм формирования текстур рекристаллизации, причины повышения температуры рекристаллизации металлов малыми добавками;

- причины высокого температурного уровня рекристаллизации гетерофазных сплавов и пересыщенных твердых растворов;

- возможные пути повышения температур рекристаллизации сплавов и эффективность каждого из них и т. д.

Обилие нерешенных вопросов теории рекристаллизации обусловлено рядом причин.

Во-первых, недостаточно ясны тонкие детали структуры деформированного металла, т. е. по существу начальные условия процесса рекристаллизации. Значительные успехи в этой области получены с развитием теории дислокаций и совершенствованием экспериментальных методов рентгеноструктурного анализа и особенно электронной микроскопии.

Во-вторых, процесс рекристаллизации при кажущейся его внешней простоте чрезвычайно сложен уже потому, что *это процесс, движимый неравновесностью системы и связанный как с изменением структуры зерен, так и границ зерен*. На ход процесса влияют условия деформации и нагрева, химический и фазовый состав сплава, распределение компонентов, их диффузионная подвижность, энергия поверхностей раздела, структура деформированного состояния, полнота прохождения отжига и полигонизации, которые меняют состояние металла перед рекристаллизацией. В ряде сплавов на эти процессы накладываются еще фазовые и структурные превращения (распад твердого раствора, растворение и коагуляция частиц дисперсных фаз, фазовая перекристаллизация, упорядочение, восходящая диффузия и др.).

В-третьих, зародыши рекристаллизации отличаются от деформированной матрицы *только степенью искажения решетки*, но не отличаются химическим составом, типом решетки, как в случае фазовых превращений. Это затрудняет использование многих эффективных физических и структурных методов для исследования ранних стадий процесса.

ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Свободная энергия кристаллического материала увеличивается в ходе деформации ввиду присутствия дислокаций и поверхностей раздела (границ), и материал, содержащий эти дефекты, термодинамически нестабилен. Хотя термодинамика предполагает, что дефекты могут спонтанно исчезать, на практике необходимые для этого атомистические механизмы действуют при низких гомологических температурах очень медленно, так что нестабильные дефектные структуры сохраняются и после деформации.

Если материал затем нагревать до высокой температуры (отжигать), термически активируемые процессы, как диффузия, вызывают действие механизмов, при которых дефекты могут исчезать или перераспределяться в конфигурации с более низкой энергией.

При отжиге деформированного материала при повышенных температурах микроструктура и механические свойства могут частично претерпеть возврат ввиду аннигиляции и перераспределения дислокаций. Микроструктурные изменения в ходе возврата относительно равномерны и не влияют на зеренную структуру (рис. В1, а). Похожие процессы возврата могут возникать и в ходе деформации, в частности, при повышенной температуре, эти процессы динамического возврата играют важную роль в ползучести и горячем наклепе материала.

Возврат в общем случае вызывает частичный возврат свойств, потому что дислокационная структура полностью не устраняется, но достигает метастабильной стадии (рис. В1, б). Могут развиваться последующие процессы разупрочнения, называемые «рекристаллизация», в результате которых в матрице (деформированной или подвергшейся возврату) формируются зерна, свободные от дислокаций (рис. В1, в). Затем они растут за счет старых зерен, и формируется новая зеренная структура с низкой плотностью дислокаций (рис. В1, г). Рекристаллизация может протекать во время деформации при повышенных температурах, в этом случае она называется *динамической*.

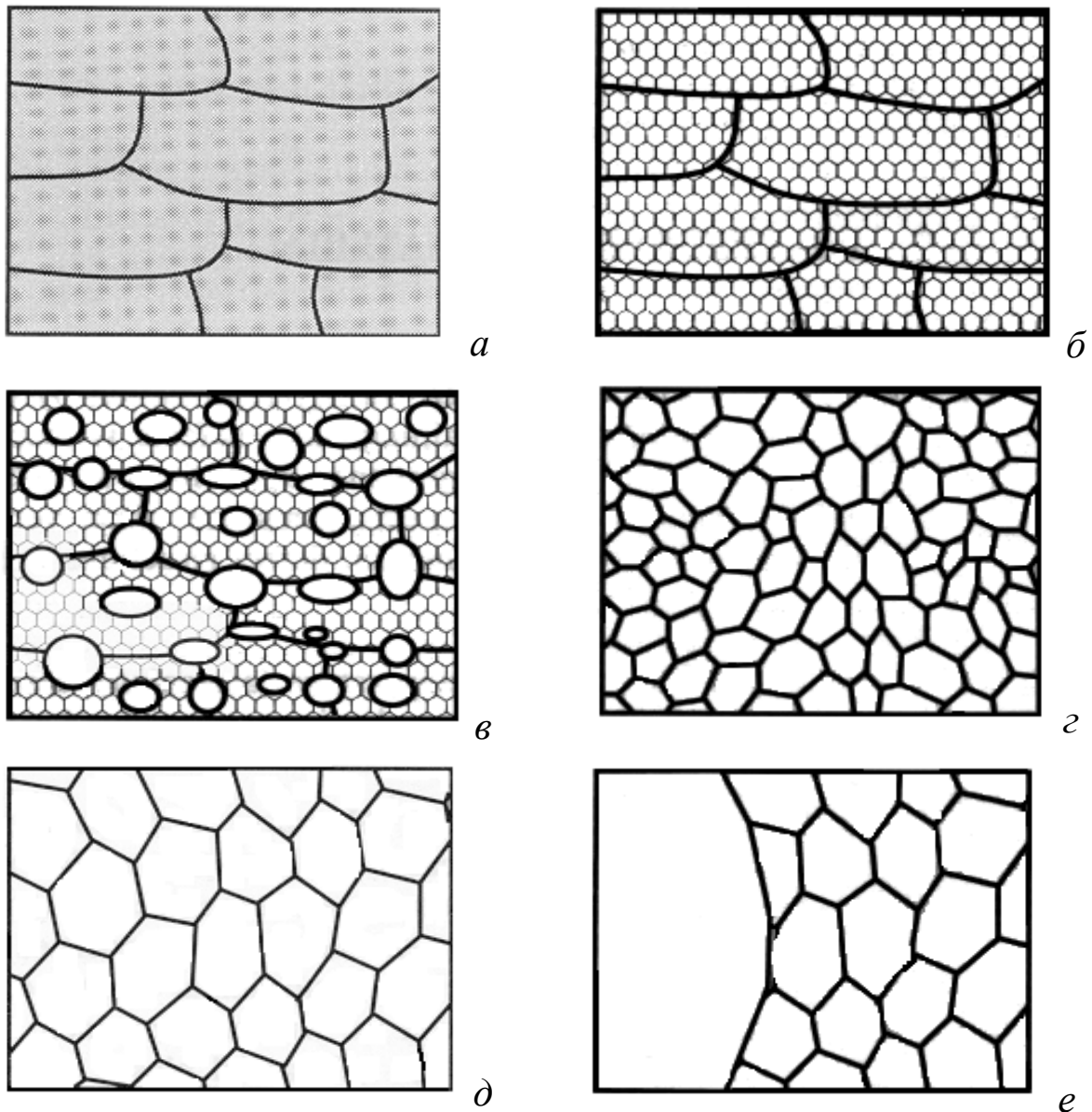


Рис. В1. Схема основных процессов отжига:

a – деформированное состояние, *б* – возврат, *в* – частичная рекристаллизация, *г* – полная рекристаллизация, *д* – рост зерен (собирательная рекристаллизация), *е* – аномальный рост зерен (вторичная рекристаллизация)

Хотя рекристаллизация уничтожает решеточные дислокации, материал содержит границы зерен, которые термодинамически нестабильны. В процессе рекристаллизации происходят: а) зарождение новых зерен; б) миграция границ зерен; в) взаимодействие дефектов с движущейся границей. Два последних процесса при дальнейшем отжиге могут привести к росту зерен, при этом маленькие зерна уничтожаются, большие растут, границы зерен приобретают более низкоэнергетическую конфигурацию (рис. В1, *д*). В определенных условиях рост зерна может стать избирательным

(рис. В1, е), что приводит к *разнозернистости*, и этот процесс называется *вторичной* рекристаллизацией. Такие процессы как возврат и нормальный рост зерен развиваются равномерно, тогда как рекристаллизация и вторичная рекристаллизация очень неоднородны.

В некоторых случаях их называют *непрерывными* (*continuous*) и *прерывистыми* (*discontinuous*) процессами.

Большинство металлических материалов производятся в виде крупных слитков, затем в твердом состоянии перерабатываются в конечный продукт ковкой прокаткой, экструзией и т. д. Эти процессы могут проводиться в горячем или холодном состоянии, и те из них, которые включают промежуточные нагревы, называются *термомеханической обработкой* (ТМО). Возврат, рекристаллизация и рост зерен при этом являются основными структурными процессами.

Широкий спектр механических свойств и поведение материала в различных условиях эксплуатации зависят от плотности дислокаций, размера зерен и текстуры. Из них дислокационная структура является наиболее важным параметром. Механические свойства в первую очередь зависят от плотности дислокаций и их распределения. Плотность дислокаций в отожженном состоянии $\sim 10^8 \text{ см}^{-2}$, в ходе деформации возрастает до $\sim 10^{13} \text{ см}^{-2}$, предел текучести возрастает в 5–6 раз, пластичность уменьшается. При нагреве наклепанного материала до температур $0,3 T_{\text{пл}}$ дислокации перераспределяются и исчезают, что сопровождается увеличением пластичности.

Размер зерен и текстура в основном определяются протеканием рекристаллизации. В ряде случаев требуется контроль (регламентация) размера зерен: например, для повышения прочности и для сверхпластической деформации предпочтительна мелкозернистая структура, тогда как для повышения сопротивления ползучести – крупнозернистая. Контроль текстуры важен для деформируемости металлов в холодном состоянии.

ГЛАВА I. ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ МЕТАЛЛОВ

Первичная рекристаллизация представляет собой процесс, совершающийся при нагреве деформированного (наклепанного) материала. В ходе процесса уменьшается или полностью устраняется избыточное количество дефектов, которое было внесено предшествовавшей деформацией.

Естественно, что характер, плотность и распределение этих дефектов, т. е. исходная дислокационная структура материала, оказывает решающее влияние на ход рекристаллизации. В свою очередь структура деформированного материала зависит от таких факторов, как схема и условия деформации, ее степень, температура и скорость, тип кристаллической структуры, кристаллографическая ориентировка и химический состав материала (в том числе наличие нерастворенных примесей).

В этой главе будут даны краткие сведения о механизмах деформации и структуре деформированных металлов и сплавов, необходимые для понимания процессов, протекающих при рекристаллизации.

Наиболее важной причиной изменений, связанных с рекристаллизацией и другими процессами, происходящими при нагреве, является плотность дислокаций. При этом предполагается, что аккумуляция (накопление) дислокаций опережает их аннигиляцию, и, как результат деформации, увеличивается запасенная энергия, обеспечивающая движущую силу процессов, протекающих при нагреве.

В ходе деформации изменение микроструктуры металла имеет ряд особенностей.

Первая и наиболее очевидная – изменение формы зерен. При этом имеет место неожиданно большое увеличение объемной доли границ зерен, т. е. появление новых поверхностей раздела. Вновь образованные поверхности раздела (границы) формируются путем объединения дислокаций, которые зарождаются при деформации.

Вторая особенность, которая в основном выявляется на электронно-микроскопическом уровне – формирование внутривзеренной, или тонкой структуры. Обе эти особенности являются следствием аккумуляции дислокаций. Учитывая, что вклад вакансий очень мал,

можно допустить, что *запасенная энергия деформации представлена суммарной энергией дислокаций и новых поверхностей раздела.*

Имеется и другое следствие деформации, которое уместно учитывать при исследовании процессов отжига. В ходе деформации ориентация монокристаллов и отдельных зерен поликристаллов изменяется относительно направления приложенных напряжений. Эти изменения не случайны и включают повороты, которые непосредственно относятся к кристаллографии деформации. Как следствие, зерна приобретают предпочтительную ориентацию, или *текстуру*, которая усиливается с деформацией.

Каждая стадия отжига приводит к потере некоторой части запасенной энергии и соответствующему изменению микроструктуры. *Уменьшение запасенной энергии дает движущую силу возврата и рекристаллизации*, контролирующей образование и рост зародыша, который впоследствии становится рекристаллизованным зерном, и его ориентацию.

1.1. Запасенная энергия холодной деформации

Происхождение запасенной энергии холодной деформации.

Большая часть работы, затраченной на деформацию, превращается в тепло, и только очень малая часть (около 1 %) остается в металле в качестве запасенной энергии. Именно эта энергия является результатом накопления точечных дефектов и дислокаций, образующихся в ходе деформации. Однако подвижность точечных дефектов так высока, что за исключением особых случаев деформации при сверхнизких температурах, они не вносят существенный вклад в запасенную энергию. В общем случае запасенная энергия является следствием аккумуляции дислокаций, и существенная разница между деформированным и отожженным состоянием состоит в плотности дислокаций и их распределении.

Увеличение плотности дислокаций происходит благодаря непрерывному захвату вновь образованных подвижных дислокаций существующими дислокациями и их объединению в различные структурные элементы, которые являются характерным для деформированного состояния. Зерна поликристалла в ходе деформации изменяют форму в соответствии с макроскопическим изменением формы образца. Это приводит к увеличению протяженности границ зерен. Поясним это на примере изменения формы кубика в процессе прокатки. После обжатия на 50 % площадь

поверхности куба возрастает на 16 %, после 90 % обжатия – на 270 %, а после 99 % обжатия – на 3267 %! Для сохранения сплошности требуется постоянное увеличение поверхности границ зерен, и это осуществляется перестроением части дислокаций, зарождающихся в процессе деформации, в границы деформационного происхождения, которые неравновесны.

Энергия, связанная с увеличением протяженности границ зерен, представляет значительную часть запасенной энергии деформации и очевидно будет тем больше, чем меньше размер зерен и больше степень деформации. Так, Дж. Севиллано с соавторами в 1980 г. рассматривали случай больших пластических деформаций металла ($e=5$, т. е. уменьшение сечения $\sim 99,3$ %) с зернами кубической формы размером 10 мкм. Оказалось, что энергия границ зерен остается практически неизменной – $0,7 \text{ Дж м}^{-2}$, тогда как расчетное значение энергии, запасенной в границах зерен, было 10^6 Дж м^{-3} , т. е. 71 Дж/моль для меди.

Скорость увеличения объемной доли границ зерен сильно зависит от вида деформации. Зерна прокатанного листа приобретают форму реек, зерна вытянутой проволоки – форму иголки, зерна осажденного образца – форму дисков. На рис. 1.1 показана зависимость изменения формы зерен для различных мод деформации.

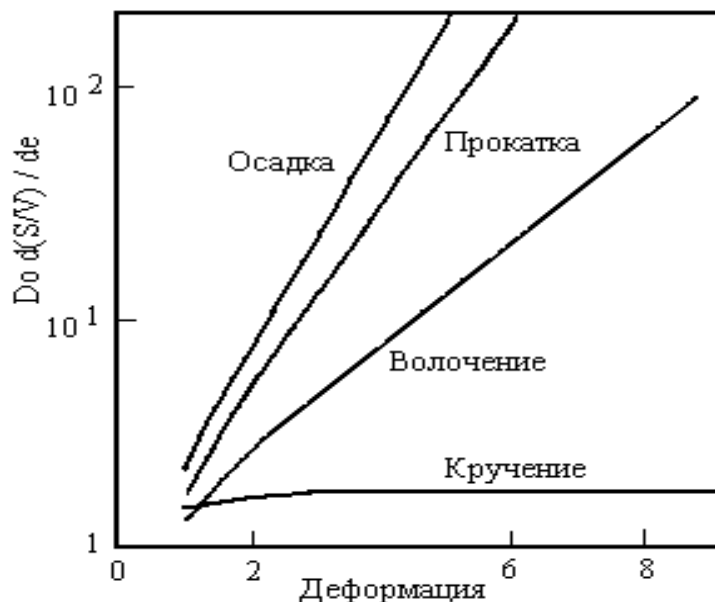


Рис. 1.1. Зависимость изменения формы для различных мод деформации

Второй особенностью деформированной микроструктуры является формирование внутренней (тонкой) структуры внутри зерен. Она может быть различной формы (субзерна, ячейки, полосы, фрагменты и др.), но все они связаны с формированием границ определенного вида. Большинство вновь зародившихся дислокаций впоследствии располагаются внутри этих границ. Другой источник дислокаций, следовательно, запасенной энергии, связан с наличием в металле частиц второй фазы, которые мало или совсем не деформируются. Они приводят к формированию дополнительных дислокаций. Деформация многофазных материалов будет рассмотрена в главе 6.

В обычном легко деформируемом материале величина запасенной энергии составляет около 10^{-5} Дж/м³. Это неожиданно мало – всего около 0,1 % скрытой теплоты плавления (~13 КДж/моль для кристаллизации меди) и намного меньше с изменениями энергии, связанными с фазовыми превращениями (0,92 КДж/моль для α - γ превращения в железе). Вследствие этого при температуре рекристаллизации могут протекать и любые другие превращения, например, выделение второй фазы или упорядочение могут оказать существенное влияние на рекристаллизационное поведение материала. Тем не менее, такое малое значение запасенной энергии является причиной упрочнения во время деформации, а ее уменьшение ведет к изменениям свойств металла при отжиге.

Увеличение плотности дислокаций в ходе деформации вызвано пересечением вновь зарождающихся и существующих дислокаций. Средний пробег дислокаций L с вектором Бюргерса b и их плотность ρ зависят от степени деформации ε как:

$$\varepsilon = \rho b L, \quad (1.1)$$

Значения, относящиеся к L и их изменения со степенью деформации ответственны за большинство неопределенностей в существующих теориях деформационного упрочнения. В некоторых случаях можно установить определяющие значения, например, размер зерен или межчастичное расстояние. Их рассмотрение дало то, что Эшби (1970) назвал *геометрически запасенные и статистически необходимые дислокации*.

Методы определения запасенной энергии деформации.

Запасенную энергию пластической деформации непосредственно можно измерить калориметрическим методом или определить косвенными методами, например, из изменения некоторых механических свойств материала. Калориметрический метод заключается в измерении теплоты, излучаемой образцом.

Основные закономерности, установленные этим методом:

1. Запасенная энергия увеличивается с увеличением степени деформации.
2. Изменение метода нагружения может вызвать большие различия в значении запасенной энергии. Например, в меди значения запасенной энергии при деформации растяжением составили 3,2–5,7 Дж/моль, при осадке – 3,8–8,3 Дж/моль, тогда как при волочении проволоки – 95 Дж/моль.
3. При малых и средних деформациях ($e < 5$) значения запасенной энергии больше в мелкозернистом материале, чем в крупнозернистом. При больших деформациях запасенная энергия не зависит от размера зерен.

В табл. 1.1 приведены результаты, полученные для ряда металлов методом дифференциальной сканирующей калориметрии.

Таблица 1.1

Данные для металлов, деформированных при 77К (Шмидт, 1989)

	Al 99.999 ат.%	Pb 99.999 ат.%	Cu 99.997 ат.%	Ag 99.999 ат.%
ЭДУ Дж/моль	26	15	4.7	2.6
Сдвиговая деформация	6,75	5,97	6,75	5,2
Накопленная энергия, Дж/моль	69,6	21,5	216	220
Затраченная энергия, Дж/моль	3151	1400	5592	4914
Накопленная/Затраченная	0,022	0,015	0,039	0,045
Плотность дислокаций, m^{-2}	$3,1 \times 10^{15}$	$1,7 \times 10^{15}$	10×10^{15}	$8,7 \times 10^{15}$

Видно, что значения запасенной энергии различных металлов изменяются в широких пределах: от 21,5 до 220 Дж/моль. Причиной этого является разница в значениях энергии дефектов упаковки

$\gamma_{ду}$ (ЭДУ), являющейся характеристикой материала, определяющей ширину расщепления дислокации. Расщепление дислокации, которое облегчается при низких значениях $\gamma_{ду}$, препятствует переползанию и поперечному скольжению дислокаций, которые являются основными механизмами, отвечающими за возврат.

Запасенная энергия деформации также может определяться методом рентгеноструктурного анализа (РСА) путем анализа уширения рентгеновских пиков. Этот метод определяет только энергию неоднородной деформации решетки, и разность результатов калориметрического метода и РСА показывает, насколько важен вклад дислокаций в запасенной энергии. Так, запасенная энергия сильнодеформированного металла при РСА методе порядка 8–80 Дж/моль, а при калориметрическом методе – 250–800 Дж/моль.

Связь между запасенной энергией и микроструктурой.
Запасенная энергия и плотность дислокаций. Если в материале плотность дислокаций мала, ее можно напрямую сосчитать при просвечивающей электронной микроскопии. Однако плотность дислокаций даже в умеренно деформированных металлах такова, что не может быть определена с достаточной точностью, и неоднородное распределение дислокаций, такое как в ячеистой структуре, сильно усложняет измерения. Оценить плотность дислокаций можно также по механическим свойствам материала. Например, отношение между напряжением течения и плотностью дислокаций в виде

$$\sigma = C_1 G b \rho^{1/2}, \quad (1.2)$$

где C_1 – константа порядка 0,5 и G – модуль сдвига, было использовано для широкого класса материалов Мак Элрой и Шкопиакком в 1972 году.

Если пренебречь энергией ядра дислокации и предположить изотропную упругость материала, энергия $E_{дис}$ единицы длины дислокации может приближенно определяться как

$$E_{дис} = \left[\frac{G b^2 f(\nu)}{4\pi} \right] \times \ln \frac{R}{R_0}, \quad (1.3)$$

где R – внешний радиус, обычно принимается ($\rho^{-1/2}$), R_0 – внутренний радиус, обычно принимается в интервале $b \dots 5b$, $f(\nu)$ – функция соотношения Пуассона, которая для среднего количества краевых

и винтовых дислокаций $\sim(1-\nu)/2(1-\nu)$. Тогда запасенная энергия для дислокаций плотностью ρ

$$E_D \sim \rho E_{\text{дис}}, \quad (1.4)$$

Хотя это соотношение соответствует случаю, когда дислокации распределены таким образом, что поля напряжений их не перекрываются, энергию дислокаций в реальных материалах нельзя представить таким простым выражением. Даже в умеренно деформированном материале дислокации переползают, изгибаются, образуют плоские скопления (*pile-ups*) и клубки. Дислокационная теория показывает, что энергия дислокаций зависит от их окружения и может быть, например, выше в плоских скоплениях и ниже в границах ячеек и субзерен. В большинстве случаев, когда можно ограничиться очень приблизительной оценкой энергии дислокаций, выражение (1.3) можно упростить как

$$E_{\text{дис}} = C_2 G b^2, \quad (1.5)$$

где C_2 – константа порядка 0,5. Тогда запасенная энергия

$$E_D = C_2 \rho G b^2. \quad (1.6)$$

Запасенная энергия и ячеистая (субзеренная) структура.

Если деформированная структура содержит субзерна, запасенную энергию можно вычислить, используя размер субзерен (D) и энергию малоугловых границ (γ_s). Доля малоугловых границ – $3/D$, и энергия единицы объема E_D приближенно будет

$$E_D = \frac{3\gamma_s}{D} = \frac{\alpha\gamma_s}{R}, \quad (1.7)$$

где α – константа порядка ~ 1.5 . Зернограничная энергия (γ_s) напрямую зависит от разориентировки (θ), следовательно, выражение (1.7) можно переписать, используя эти параметры, которые определяются экспериментально

$$E_D = \left(\frac{3\gamma_0 \theta (A - \ln \theta)}{D} = \frac{K\theta}{D} \right), \quad (1.8)$$

где A и γ_0 определяются из уравнения $\gamma_s = \gamma_0 \theta (A - \ln \theta)$, K – константа.

Экспериментально установлено, что размеры ячеек, субзерен и их разориентировки могут зависеть от кристаллографической ориентировки, следовательно, из соотношения (1.7) можно ожидать, что запасенная энергия в различных компонентах текстуры материала будет отличаться. Как будет показано далее, это может существенно повлиять на рекристаллизационное поведение материала. Первая работа в этой области, посвященная исследованию железа, подвергнутого холодной прокатке на 70 %, проведена в 1972 г. Дилламором и др. Микроструктура прокатанной стали была в основном ячеистая, размер ячеек и их разориентировки зависели от кристаллографической ориентировки. Для компоненты $\{hkl\}\langle 110\rangle$ текстуры прокатки были характерны мелкие ячейки с большими разориентировками для ориентировок $\{110\}$, тогда как для ориентировок $\{001\}$ образуются крупные ячейки с малыми разориентировками. Из соотношения (1.8) видно, что если дислокации сосредоточены в основном в стенках ячеек и субзерен, запасенная энергия будет больше для мелких ячеек с большими разориентировками, т. е.

$$E_{110} > E_{111} > E_{112} > E_{100}.$$

Этот результат позволяет объяснить текстуры рекристаллизации, полученные для малоуглеродистых сталей. Однако реальные микроструктуры деформированного материала сложнее. Так, Хазерли и Эвери, анализируя субструктуру стали после прокатки методом РСА, показали, что

$$\{110\} = 13.5: \{111\} = 8.7: \{211\} = 6.8: \{100\} = 4.8 \text{ Дж / моль}.$$

Исследование микроструктуры в сечениях образца вдоль и поперек прокатки также показало, что компоненты с высокой энергией ($\{110\}\langle uvw\rangle$ и $\{111\}\langle uvw\rangle$) содержали удлиненные ячейки, а низкоэнергетические компоненты – более крупные равноосные ячейки.

1.2. Возникновение деформационной неоднородности

Кристаллография деформации в металлах. Неоднородность деформации возникает независимо от действующего механизма деформации и является важнейшей модой деформации. Как уже упоминалось, важнейшим параметром материала является значения ЭДУ. В табл. 1.2. приведены значения ЭДУ ряда металлов.

Таблица 1.2

Энергия дефектов упаковки различных металлов

Металл	$\gamma_{ДУ}$, МДж м ⁻²	Металл	$\gamma_{ДУ}$, МДж м ⁻²
Al	166	Zn	140
Cu	78	Mg	125
Ag	22	91Cu : 9Si	5
Au	45	Zr	240
Ni	128	304 сталь	21
Co (ГЦК)	15	70 Cu-30 Zn	20

Кубические металлы. В кубических металлах два основных механизма деформации – скольжение и двойникование. Важнейший параметр, определяющий выбор механизма – значения ЭДУ.

В общем случае ОЦК металлы деформируются скольжением, также, как и ГЦК металлы с средним и высоким значением ЭДУ (Cu, $\gamma_{ДУ} \sim 80$ МДжм⁻², Al, $\gamma_{ДУ} \sim 170$ МДжм⁻²). В металлах с низкой ЭДУ (латунь Л70, аустенитная сталь $\gamma_{ДУ} \sim 20$ МДжм⁻²) дислокации расщепляются, формируя дефекты упаковки, и двойникование является основным механизмом деформации. Тенденция к двойникованию увеличивается с уменьшением температуры деформации или с увеличением скорости деформации.

Плоскости и направления скольжения и двойникования в кубических кристаллах приведены в табл. 1.3 и 1.4.

Таблица 1.3

Кристаллография скольжения в кубических металлах

Структура	Система скольжения	
	Плоскость	Направление
ГЦК	{111}	<110>
ОЦК	{110}	<111>
	{112}	<111>
	{123}	<111>

Кристаллография двойникования в кубических металлах

Структура	Двойникующий сдвиг	Плоскость двойникования	Направление двойникования
ГЦК	0,707	{111}	<112>
ОЦК	0,707	{112}	<111>

Как показано в табл. 1.3, кристаллография скольжения в ГЦК металлах имеет место по наиболее плотноупакованным плоскостям и направлениям. Совместно эти факторы образуют систему скольжения $\{111\} \langle 110 \rangle$. Однако при повышенных температурах, в частности в металлах с высокой ЭДУ, возможно действие и других систем скольжения: по плоскостям $\{100\}$, $\{110\}$, $\{112\}$ и $\{122\}$.

В ОЦК металлах скольжение происходит по плотноупакованному направлению $\langle 111 \rangle$, но плоскостью скольжения может быть любой из плоскостей $\{110\}$, $\{112\}$ или $\{123\}$: каждый из них содержит плотноупакованное направление $\langle 111 \rangle$. Выбор плоскости скольжения зависит от температуры. При $T < 0,25 T_{пл}$ скольжение идет по плоскости $\{112\}$, в интервале температур $0,25 - 0,5 T_{пл}$ – по $\{110\}$, при $T > 0,5 T_{пл}$ – по $\{123\}$. При комнатной температуре скольжение в железе идет по всем трем плоскостям в направлении $\langle 111 \rangle$, в этом случае для описания такого скольжения используют выражение «карандашное скольжение». Следствие такого скольжения – волнистые линии скольжения на предварительно полированной поверхности образца.

Плоскости и направления скольжения и двойникования соответствуют системе с наибольшим критическим напряжением сдвига и в поликристаллах ориентированы в различных зернах по-разному. Поэтому деформация в различных зернах поликристалла неоднородна как от зерна к зерну, так и в различных зонах отдельных зерен. Такая микроструктурная неоднородность развивается еще на ранних стадиях деформации, и ее можно легко наблюдать различными методами: изучением деформационного рельефа полированного образца, специальным травлением, просвечивающей электронной микроскопией и сканирующей микроскопией методом обратного отражения электронов (EBSD).

Гексагональные металлы. Как и в других металлах, деформация ГП металлов начинается со скольжения, но ввиду малого числа систем скольжения вскоре сопровождается двойникованием. Симметрия решетки и возможности скольжения меньше, чем в ОЦК или ГЦК металлах. В этих условиях скольжение по единственной системе скольжения не может продолжаться, и двойникование начинает играть существенную роль уже при довольно небольших деформациях ($\epsilon < 0,2$). Самым очевидным проявлением микроструктуры деформированных ГП металлов является быстрое развитие длинных, широких, линзообразных деформационных двойников. Двойники обычно возникают как длинные, тонкие пластинки при малых степенях деформации, но быстро уширяются. Двойники в ГП металлах шире, чем в кубических металлах ввиду малых значений двойникового сдвига. Несмотря на их изобилие в структуре, вклад двойникования в общую деформацию при средних и больших степенях деформации обычно невелик. Причиной этого является ограниченность двойникового сдвига. Когда двойникование прекращается, во вновь образованных двойниках возникает деформация скольжением, и весь процесс повторяется. В табл. 1.5 даны наиболее часто встречающиеся системы скольжения и двойникования в ГП металлах. В отличие от скольжения, двойникование происходит только в одном направлении, и кристаллография его такова, что удлинение возникает в одном направлении и уменьшается в других.

Табл. 1.5 показывает, что двойниковающая система является общей для всех ГП металлов: $\{10 \bar{1}2\} \langle 10 \bar{1}1 \rangle$. Если соотношение $c/a > 1,633$ (теоретическое значение), как в Zn и Cd, двойникование происходит только по этой системе. Если же $c/a < 1,633$ действует более одной системы двойникования. Деформация, осуществленная двойниковающим сдвигом, зависит от системы двойникования и значения c/a . Для системы $\{10 \bar{1}2\} \langle 10 \bar{1}1 \rangle$ деформация наибольшая при малых c/a , но если возможно двойникование по другим системам, это приводит к увеличению деформации. Для значений $c/a = \sqrt{3} = 1,732$ двойникование невозможно. В металлах со значениями $c/a > 1,633$ преобладает базисное скольжение, в то время как в металлах с $c/a < 1,633$ – призматическое скольжение.

Системы скольжения и двойникования в ГП металлах

Металл	с/а	Система скольжения		Система двойникования
		Преимущественная	Случайная	
Cd	1,89	{0001}<11 $\bar{2}0$ >	{11 $\bar{2}2$ ><11 $\bar{2}3$ >	{10 $\bar{1}2$ ><10 $\bar{1}1$ >
Zn	1,88	{0001}<11 $\bar{2}0$ >	{11 $\bar{2}2$ ><11 $\bar{2}3$ >	{10 $\bar{1}2$ ><10 $\bar{1}1$ >
Co	1,62	{0001}<11 $\bar{2}0$ >		{10 $\bar{1}2$ ><10 $\bar{1}1$ >
Mg	1,62	{0001}<11 $\bar{2}0$ >		{10 $\bar{1}2$ ><10 $\bar{1}1$ >
Zr	1,59	{10 $\bar{1}0$ ><11 $\bar{2}0$ >	{10 $\bar{1}1$ ><11 $\bar{2}0$ >	{10 $\bar{1}2$ ><10 $\bar{1}1$ >
Ti	1,59	{10 $\bar{1}0$ ><11 $\bar{2}0$ >	{10 $\bar{1}1$ ><11 $\bar{2}0$ >	{10 $\bar{1}2$ ><10 $\bar{1}1$ >

В прокатанном титане ($c/a < 1,633$) двойникование происходит во всех зернах на ранних стадиях деформации. Двойники широкие и линзообразные и, как правило, образуются по двум или более системам. Из-за того, что деформация двойникованием мала, требуются формирование более мелких двойников внутри или между ранее образовавшихся, но, в конце концов, это становится невозможным, и при средних деформациях ($e \sim 0,75$) новые двойники не образуются. При больших деформациях двойники поворачиваются вдоль плоскости прокатки, так что формируется микроструктура с тонкими удлиненными полосами. Полосы сдвига начинают формироваться при $e \sim 2,8$, но значительная пластичность сохраняется и при более высоких степенях деформации.

Интересна структура деформированного цинка. Значения c/a высокие, как и значения ЭДУ (140 МДж/м^2), но $T_{\text{ПД}}$ невысокая, и деформация при комнатной температуре соответствует высокой гомологической – $0,4T_{\text{ПД}}$. Уже после легкой деформации ($e \sim 0,07$) внутри каждого зерна образуются крупные двойники, но при дальнейшей деформации ($e \sim 0,2$) двойники больше не образуются, и скольжение является основной модой деформации. Образование полос сдвига начинается при деформации $0,2 < e < 0,5$, но полосы сдвига выявляются только наличием очень мелких рекристаллизованных зерен около них. Ясно, что в легкоплавких металлах рекристаллизация следует непосредственно после образования полос сдвига. Новые зерна могут деформироваться скольжением и двойникованием, и деформация может продолжаться до больших степеней.

Микроструктура деформированного металла

Микроструктуры, формирующиеся при скольжении. Деформация начинается скольжением в благоприятно ориентированных системах скольжения и приводит к формированию линий и полос скольжения на полированной поверхности. Понятие *линия скольжения (slip line)* описывает отдельные ступеньки. *Полоса скольжения* – группы (кластеры) линий скольжения, видимые в оптическом микроскопе. Линии скольжения соответствуют отдельной зоне шириной 30 нм и высотой 1–5 нм. Высота ступеньки полосы скольжения порядка 100–200 нм. В ходе деформации скольжение не ограничивается в одной системе, и уже при сравнительно небольших деформациях возникают пересекающиеся линии скольжения.

Ячейки и субзерна. Микроструктура металла при деформации скольжением включает в себя трехмерную структуру областей с малой плотностью дислокаций, ограниченных дислокационными стенками с высокой плотностью дислокаций. Такие структуры называют *ячейками (cells)* и *субзернами (subgrains)*. Различие их состоит в строении границ. Если границы рассеянные (расширенные) и состоят из спутанных дислокаций, это ячеистая структура. Если границы узкие и состоят из упорядоченных дислокаций (малоугловые границы) то это субзерненная структура.

В материалах с низкой ЭДУ (серебро, аустенитные стали, большинство медных сплавов) ячеистая структура не формируется, и дислокации расщепляются, образуя дефекты упаковки. При сравнительно малых степенях деформации образуются узкие полосы очень тонких деформационных двойников на плоскостях $\{111\}$. Эти полосы хорошо видны на полированной и травленной поверхности и являются классическими *маркерами деформации (strain markings)*. С увеличением степени деформации ($e > 1$) возникают *полосы сдвига*. Они легче возникают в металлах с низкой ЭДУ.

Вышеприведенная классификация микроструктуры в металлах, деформирующихся скольжением, основана на большом количестве исследований. В последние годы Хансен с соавторами описал дислокационную структуру в Ag, Cu, Ni, Fe. Его термин *ячеистый блок (cell block)* соответствует полосам деформации и микрополосам первого и второго семейства. Некристаллографические элементы

с двумя стенками, разделяющим соседние ячеистые блоки, соответствуют полосам переориентации. Второе семейство микрополос по своей природе кристаллографично и идентично вышеописанным микрополосам. Классификация Хансена основана на концепции низкоэнергетической дислокационной структуры, которая приписывает увеличение плотности дислокаций в ходе деформации к захвату дислокаций в низкоэнергетические конфигурации.

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

Деформация незакономерным поворотом решетки играет важную роль в процессе формирования текстур деформации, а возможно, и текстур рекристаллизации, как и процесса рекристаллизации вообще.

Неоднородность деформации установлена давно и различно ориентированные области зерна обозначали по-разному. Впервые Баррен в 1939 г. ввел понятие *полоса деформации (deformation band)* для описания области зерна, ориентировка которой существенно отличается от ориентировки остальных областей зерна. Другими авторами представлены понятия *полосы сброса (kink bands)*, *полосы вторичного скольжения (bands of secondary slip)*.

Рис. 1.2 иллюстрирует различные зоны зерна, сформированные при деформации. Ориентировка области *B* отличается от ориентировки областей *A* (собственной ориентировки зерна). Линия *T*, отделяющая область *B* от зерна, не является границей зерна. Она имеет ограниченную ширину и называется *полосой переориентации (transition band)*. Часто полосы деформации имеют две приблизительно параллельные границы изменения ориентации (от *A* к *C* и от *C* к *A*). Деформационная полоса особого типа согласно классификации Орована (1942) называется *полосой сброса (kink band)*. Формирование полос деформации является неизбежным следствием деформации поликристаллов.

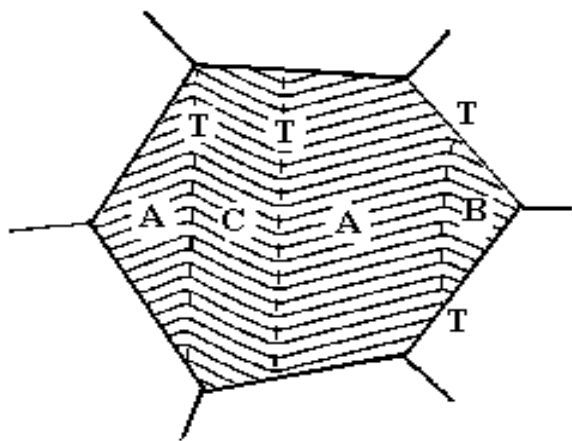


Рис. 1.2. Схематическое изображение деформационных полос, полос переориентации и полос сброса

Полосы сброса. Проявления деформации, связанной с незакономерной переориентировкой решетки, весьма разнообразны. Впервые деформация такого вида была обнаружена при сжатии минералов, а позднее – каменной соли. В 1952 г. Орован наблюдал образование коленчатого изгиба (рис. 1.3, *a*) при сжатии стержня кадмия в направлении, почти параллельном плоскости скольжения. 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 Хесс, Барретт и Гилман, а после 1952 – 1953 гг. они были выявлены при растяжении монокристаллов многих металлов: Fe, Al, Zn, Bi, Mg.

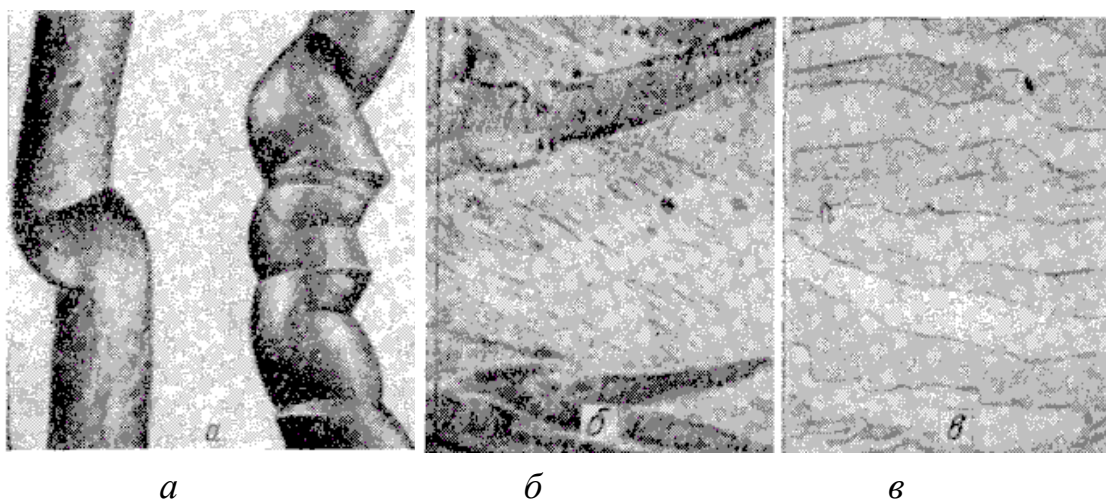


Рис. 1.3. Полосы сброса и полосы деформации:
a – полосы сброса в монокристалле кадмия; *б, в* – полосы деформации в железе
 (*б* – меньшая степень деформации)

Полосы деформации. Распространенным видом деформации, связанной с незакономерным поворотом решетки, являются полосы деформации. Они встречаются в железе и в α -латуни. Барретт считает, что они возникают во всех металлах с решеткой ГЦК.

Полосы деформации исследовал Барретт при сжатии монокристаллов и поликристаллов железа. В результате сжатия на поверхности кристаллов (кристаллитов) появлялись полосы с неправильными, извилистыми границами, непохожие на следы скольжения и травящиеся иначе, чем окружающий материал. С увеличением степени деформации иная травимость этих полос (контрастность) становилась более отчетливой (рис. 1.3, б, в). Рентгенографический анализ показал, что решетка внутри полосы повернута относительно остальной части кристалла на градусы и десятки градусов, что и является, по-видимому, причиной различной травимости. Далее оказалось, что тенденция к появлению полос деформации зависит от ориентировки кристалла по отношению к направлению деформации. В кристаллах железа, в которых параллельно оси сжатия располагалась ось $[100]$ или $[\bar{1}11]$, полосы деформации не образовывались.

Ху обнаружил, что при прокатке кристаллов кремнистого железа с ориентировкой $(001) [100]$ полосы деформации возникают, а с ориентировкой $(001) [\bar{1}10]$ – не образуются. Соответственно по-разному протекала в этих кристаллах и последующая рекристаллизация.

Природа формирования полос деформации исследована сравнительно недавно из-за их отношения к текстурам деформации. Чин (1969) выделил два типа полос деформации. Первый относится к выбору системы скольжения. В большинстве случаев приложенная деформация аккомодируется более чем одной системой скольжения, и разные комбинации приводят к поворотам. Второй тип полос возникает, когда различные области зерна деформируются по-разному: если деформация внутри полос меньше, чем требуется для однородной деформации, и если полосы могут распределяться так, что сетка деформации соответствует общей деформации. В своей последней модели развития текстуры прокатки Ли и др. показали, что для обеспечения формоизменения достаточно действия не более двух систем скольжения. Помимо полос сброса и деформации, встречаются и другие проявления неоднородной деформации – такие, как зоны приспособления (аккомодации), полосы со вторичными сдвигами.

С дислокационных позиций образование переориентированных областей является результатом взаимодействия дислокаций. Каждая отдельная дислокация вызывает локальное искривление решетки. Группы дислокаций, расположенные определенным образом, могут вызвать общую переориентировку решетки в отдельных областях кристалла.

В. Л. Инденбом рассматривает образование полос сбросов и деформации как результат взаимодействия разноименных краевых дислокаций в параллельных плоскостях скольжения. Если внешнее напряжение не превышает τ_m , то две разноименные дислокации, движущиеся навстречу одна другой в параллельных плоскостях скольжения, остановятся на определенном расстоянии в соответствии со схемой рис. 1.4, *а*. Они затем будут удерживать дислокации, движущиеся за ними. Образовавшиеся скопления будут препятствовать скольжению дислокаций 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. 1.4, *б*). Последующий отжиг и полигонизация могут привести к дальнейшему, еще более четкому оформлению полосы деформации.

Основное отличие полос деформации от полос сброса состоит в том, что в первом случае движение дислокаций происходит вне полосы и решетка в полосе сохраняет начальную ориентировку, а во втором случае пластическая деформация и переориентировка решетки происходят внутри полосы.

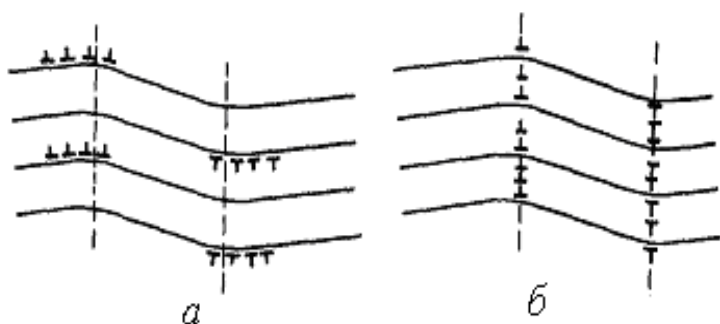


Рис. 1.4. Дислокационная схема образования полосы деформации

Несколько отличный характер имеет образование полос с вторичными сдвигами. Они образуются 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 системы, по которой происходит скольжение в остальных частях кристалла.

Большинство исследований деформации, связанной с незакономерным поворотом решетки, выполнено на монокристаллах. Однако это явление, несомненно, играет существенную роль при пластической деформации поликристаллических тел. В этом случае вероятность неоднородного характера деформации и наличия изгибающих моментов в отдельных кристаллитах особенно велика из-за взаимодействия кристаллитов между собой. Дальнейшее изучение этого явления в поликристаллах и связь его с процессами текстурообразования и рекристаллизации весьма интересны.

Полосы переориентации возникают тогда, когда соседние объемы зерна деформируются по другим системам скольжения и поворачиваются на различные дискретные ориентации. Обычно полоса переориентации содержит кластер узких удлиненных ячеек или субзерен с набором разориентировки от одного края кластера к другому. В некоторых случаях ширина полосы переориентации уменьшается до одной-двух ячеек.

Полосы сдвига. При степенях деформации, характерных для прокатки, наблюдаются схожие удлиненные структурные элементы, параллельные плоскости прокатки. Эти полосы часто группируются и группы разделены ячейками, которые похожи на ячейки, наблюдаемые при малых степенях деформации. При больших степенях деформации ($e > 1$) также имеет место макроскопическая неоднородность, известная как *полосы сдвига* (*shear band*). Они имеют строение, которое имеет явное отношение к геометрии деформации, и легко обнаруживаются при оптической микроскопии.

Полоса сдвига является выражением нестабильности пластического течения в металле. Условия нестабильности выражаются как

$$\left(\frac{1}{\sigma}\right) \times \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right) < 0, \quad (1.9)$$

Микрополосы. Независимо от того, какой механизм деформации действует, микроструктура усложняется наличием неоднородностей, которые меньше полос деформации. В умеренно деформированном алюминии, меди, никеле и др. дислокации образуют практически равноосные ячеистые структуры. На них

накладываются длинные, тонкие структурные элементы, которые формируются на плоскостях $\{111\}$ и называются *микроросами* (*microbands*).

Общепринятая модель формирования микророс дана Джексоном (1983). Микроросы образуются тогда, когда тонкая ячеистая структура уже нестабильна при дальнейшей деформации. Это может быть из-за непрерывных изменений распределения деформации внутри индивидуального зерна. Доказано, что формирование микроросы связано с низкой скоростью деформационного упрочнения, следовательно, с динамическим возвратом, и что микророса является нестабильностью течения ввиду поперечного скольжения, которое вовлекает смешанные дислокации на параллельных плоскостях.

Формирование полосы начинается с развитием поперечного скольжения, чтобы огибать препятствия. Последующие дислокации тоже должны скользить поперечно. Возникает разность напряжений, вызывающая реакцию между дислокациями параллельных полос, что формирует препятствия Ломер-Коттрелла, и приводит к формированию границы микроросы.

1.3. Структурные уровни пластической деформации

Единый процесс пластической деформации металлов может рассматриваться на трех уровнях структурных изменений: макро-, микро- и субмикропроцессы (рис. 1.5).

Макропроцессы (рис. 1.5, область III), включающие упругую, пластическую деформацию и процесс разрушения, охватывают значительные объемы, соизмеримые с размерами объектов. Эти явления исследуются и описываются теорией упругости, теорией пластичности и линейной механикой разрушения. При этом, являясь фундаментом для инженерных расчетов на прочность, механика не оценивает реального строения металлов и сплавов, не учитывает количество, форму и размеры дефектов их внутреннего строения.

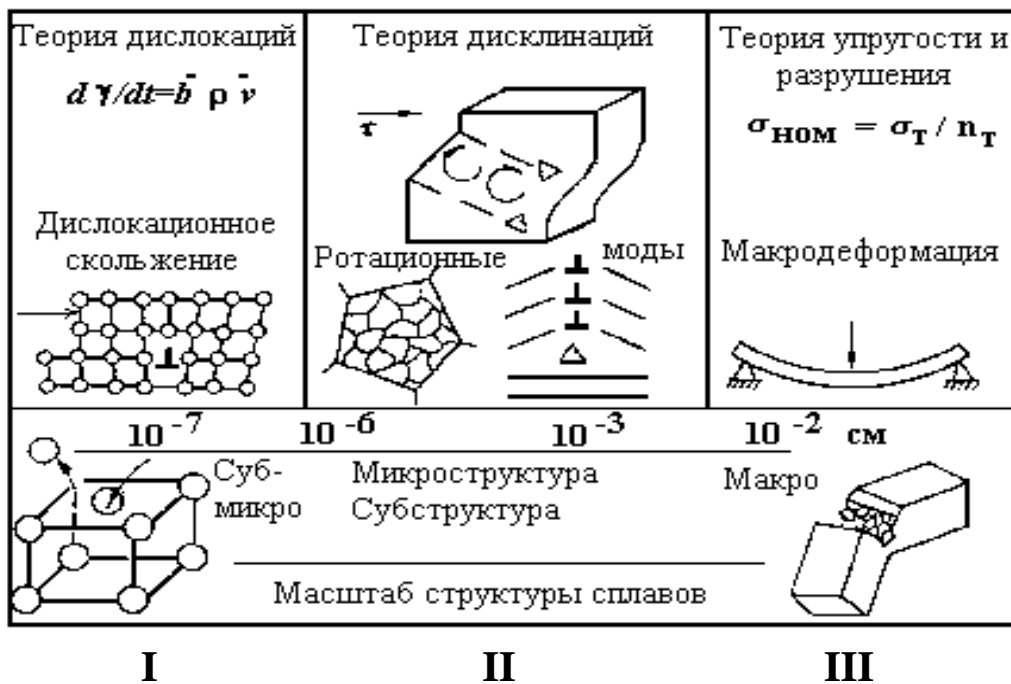


Рис. 1.5. Классификация структур и физико-механических моделей пластической деформации металлов

Субмикропроцессы (рис. 1.5, область I) развиваются в объемах единичных кристаллических решеток (упругие деформации при точечных дефектах) или распространяются линейно по определенным кристаллографическим плоскостям (пластическая деформация при движении дислокаций). Элементарные акты пластической деформации, представленные физически как перемещения единичных дислокаций, составляют физическую природу пластической деформации, развивающейся в любом объеме (и масштабе) реального металла. Эти явления исследуются методами металлографического эксперимента и описываются теорией дислокаций, не располагающей строгим математическим аппаратом, так как многие исходные данные для таких расчетов пока не удается надежно получить экспериментально. Исследования, основывающиеся на теории дислокаций, испытывают затруднения в преодолении существенного противоречия, заключенного в сущности главного принципа дислокационного упрочнения – барьерного эффекта. Это противоречие, подтвержденное экспериментально и очевидное из существующих дислокационных моделей в кристаллах, связывает два важнейших показателя механического поведения металла при внешнем нагружении: сопротивление пластическому течению (предел текучести) и склонность к распространению хрупких трещин (вязкость разрушения или трещиностойкость).

Все структурные изменения в сплаве, препятствующие движению дислокаций и повышающие сопротивление пластическому деформированию, одновременно снижают вязкость разрушения или трещиностойкость.

На возможное снижение этого противоречия направлены исследования сложных, организованных дислокационных структур (субструктур), которые по предлагаемой классификации можно отнести к микроструктурам, где развиваются процессы пластической деформации по иным моделям. **Микропроцессы** пластической деформации (см. рис. 1.5, область II) связаны с движением дислокационных ансамблей, с осуществлением ротационных мод, с развитием активных поворотов и общей турбулентности.

Явления ротационной пластической деформации, развивающиеся в объемах зерен или в целых структурных комплексах, могут описываться *теорией дисклинаций*.

Дисклинации. Ротационные моды пластической деформации. Первые представления о дисклинациях можно обнаружить в трудах Вольтерра, где рассматривались различные линейные дефекты деформируемого тела – *дисторсии* (рис. 1.6). Дефекты (а) и (б) можно отнести к современным представлениям о трансляции краевой и винтовой (б) дислокаций на величину вектора Бюргерса b . Дефекты (в) и (г) по предложению Франка и Набарро называют *дисклинациями кручения*.

Геометрически было показано, что движение *дисклинационных диполей* (диполей частичных дисклинаций) приводит к *фрагментации* и разориентировке структуры при значительных пластических деформациях. Возникшие при этом дислокационные ансамбли, ответственные за разориентировку соседних фрагментов (блоков, полигонов и т. д.), можно отождествить с дисклинационными системами.

Дисклинации, как носители элементарных актов ротационной пластичности, позволили на новом уровне рассматривать весь процесс пластической деформации. Косвенное подтверждение существования дисклинаций в реальных металлах и сплавах основывается на главном признаке: дисклинация служит носителем разориентировки между соседними фрагментами. Структура субграниц, их изменение в процессе пластического деформирования металла описываются теорией дисклинаций.

Границами блоков, фрагментов, полигонов являются сетки или стенки дислокаций. Средняя плотность дислокаций внутри блоков относительно низка: $10^7 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$, а в стенках на 2...3 порядка выше. Размеры блоков могут значительно различаться в зависимости от температуры и степени деформации, обычно средний поперечник блока составляет несколько микрон. Степень разориентировки также зависит от условий образования фрагментов, но не превышает 1° .

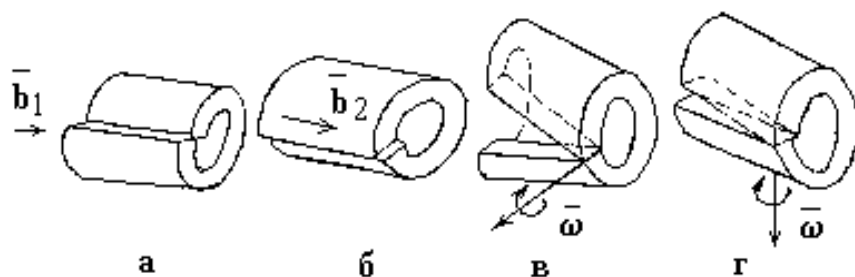


Рис. 1.6. Схема дислокаций и дисклинаций по Вольтерра

В процессе ползучести или при повышении температуры деформированного металла блоки могут трансформироваться в субзерна, при этом могут возникать новые структурные образования. Так возникают субзерна с размерами в $50 \dots 160 \text{ мкм}$ с взаимной разориентировкой в $1 \dots 5^\circ$ (рис. 1.7, а). Внутри субзерен могут оставаться блоки – фрагменты с разориентировкой в $10 \dots 60'$. При активной холодной пластической деформации возникает ячеистая субструктура путем эволюции хаотически нагроможденных дислокаций через клубковые образования в стенки ячеек.

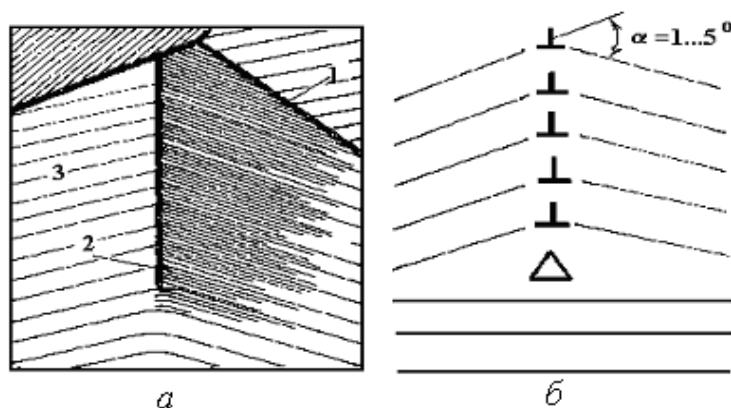


Рис. 1.7. Схема образования субграницы наклона (а) и модель частичной клиновой дисклинации (б)

В работах научной школы физико-технического института РАН им. А. Ф. Иоффе вскрыты особенности дефектной структуры ОЦК и ГЦК металлов после значительной пластической деформации. Независимо от исходной структуры (монокристалл, поликристалл, мартенсит и т. д.) в развитии пластической деформации участвуют дислокационные ансамбли, развиваются коллективные формы движения. Такие активные дислокационные перемещения приводят к фрагментации структуры, которая отличается от блочной структуры, появляющейся при ползучести. Размер фрагментов 0,1...0,5 мкм, а разориентировка достигает нескольких градусов. Важным моментом в образовании фрагментов является организация полосовых структур, возникающих у границы и распространяющихся вглубь зерна.

Факт фрагментации структуры любых металлов при достаточной степени деформации обязательно связан с разориентировкой этих фрагментов. Сам процесс разориентировки (кроме механического двойникования) может осуществляться пластической деформацией в микрообъемах методом поворотов. Элементарными носителями поворотов служат частичные дисклинации. Геометрически частичную дисклинацию можно представить линией, ограничивающей незаконченную или оборванную границу блока, фрагмента, полигона или субзерна (рис. 1.7, б). Экспериментальное подтверждение этому можно обнаружить во многих работах.

Деформационные процессы в металлах на стадии коллективных эффектов в дислокационных ансамблях при значительной степени деформации могут быть описаны в терминах теории дисклинаций. При рассмотрении блочной и фрагментированных структур возникает необходимость в описании их геометрии (разворотов, разориентировок). Эти задачи решаются введением *дисклинаций*, образованных на стыках субзерен, блоков, фрагментов. Модель движения дисклинационного диполя (диполя клиновых частичных дисклинаций), основанная на перестройке дислокационной структуры при развитии пластической деформации за пределом текучести данного металла, была создана В. И. Владимировым и А. Е. Романовым. В этой модели перемещение диполя осуществляется при переходе краевых дислокаций из объема матрицы в плоскости расположения частичных дисклинаций (в края полосы деформации). Основные параметры этой модели:

σ – приложенное внешнее напряжение; ρ – начальная плотность дислокаций; $2a$ – плечо дисклинационного диполя; w – мощность дисклинационного диполя. Оценку скорости пластической деформации при движении дисклинаций можно выполнить по уравнению

$$\varepsilon = D \bar{\omega} l v, \quad (1.10)$$

где D – количество (плотность) подвижных дисклинаций; $\bar{\omega}$ – мощность дисклинаций, вектор ротации; l – размер дисклинационного диполя (плечо равно $2a$); v – средняя скорость движения дисклинаций (рис. 1.8).

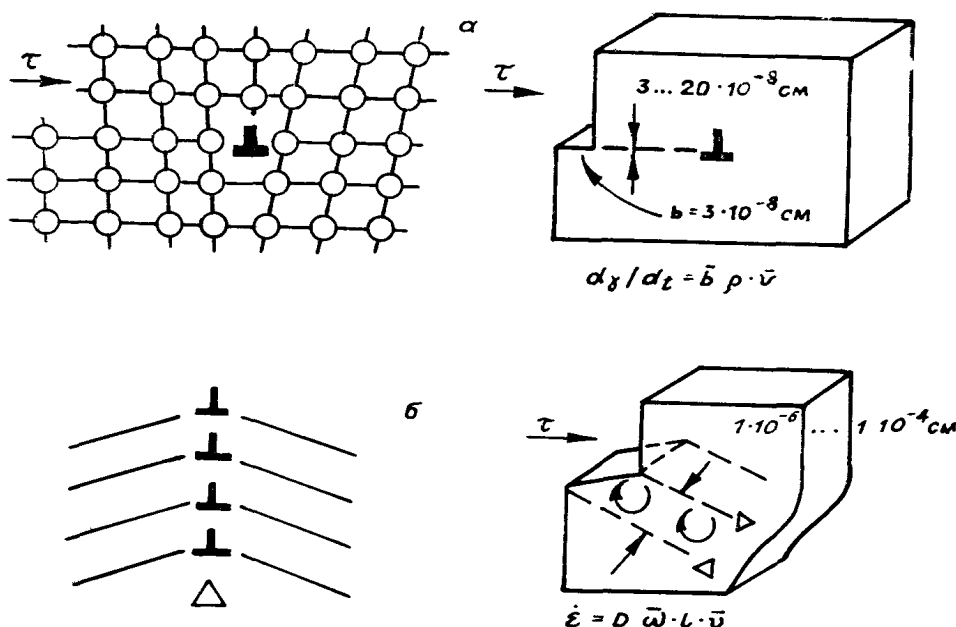


Рис. 1.8. Модели развития пластической деформации в металле:
 а – скольжением дислокаций; б – ротацией (дисклинационная, ротационная пластичность)

Электронно-микроскопические наблюдения показывают, что первые очаги ротационной пластичности появляются в микрообъемах, где максимально концентрируется неоднородность пластической деформации. С ростом степени макродеформации в отдельных микрообъемах металла нарушается скольжение и возникает турбулентное движение дислокационных ансамблей. В этом случае появляются структурные носители ротационной пластичности (новые формы движения в дислокационном ансамбле) – частичные дисклинации. Наиболее перспективной

областью развития дисклинационных концепций являются упрочнение, пластическая деформация и разрушение металлических сплавов. В этом плане можно сформулировать следующие основные положения:

- ротационные эффекты играют большую роль в пластической деформации, так как осуществляют взаимные развороты отдельных микрообъемов материала, и перемещения одной части матрицы относительно другой;

- ротационная пластичность аналогична турбулентному движению жидкости в отличие от ламинарного скольжения единичных дислокаций;

- частичные дисклинации осуществляют элементарные акты ротационной пластичности;

- перемещение дисклинационного диполя основано на коллективном перемещении целой системы дислокаций путем пространственного разделения дислокаций разных знаков (подобно коллективному перемещению на малые расстояния атомов при скольжении дислокаций);

- начало ротационных явлений связывается с градиентами приложенных внутренних напряжений, создающих вращательные моменты, релаксация которых (за счет ротации) энергетически выгодна при зарождении поворота: при движении дисклинаций в металле создаются дефектные структуры, возникают блоки, фрагменты, которые описываются сеткой дислокаций, а оборванные субграницы – клиновыми дисклинациями;

- напряжения от дисклинационных структур (субструктур) определяют механическое поведение сплава, его упрочнение и разрушение;

- пока не решены многие вопросы субструктурных изменений в металлах с позиций теории дисклинации, например теория полос Людерса – Чернова, стадия зарождения ротационных полос, зарождение микротрещин при поворотной деформации и т. д.

Субструктурные дислокационные построения внутри зерен.

Последние десятилетия отмечены особым интересом к субструктурному упрочнению металлических сплавов. К субструктуре мы относим разнообразные дислокационные построения внутри зерен, включенные в область II (см. рис. 1.6).

Строгой классификации субструктурных подразделений не существует, но многочисленные исследователи этой проблемы применяют различные термины и понятия, характеризующие беспорядочные и организованные дислокационные образования в зернах металлов, возникающие в процессе кристаллизации, пластической и термической обработок.

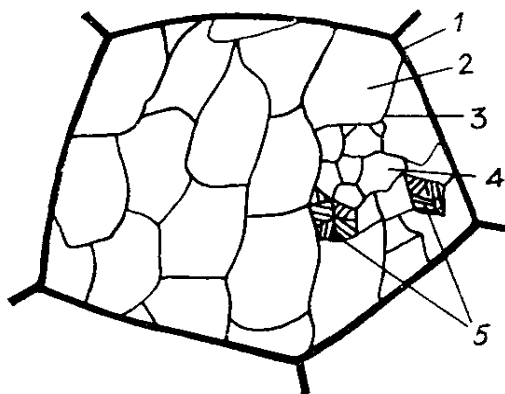


Рис. 1.9. Схема дислокационных субструктурных построений внутри зерна:

1 – высокоугловая граница зерна, 2 – субзерно, 3 – малоугловая граница субзерна (субграница), 4 – фрагмент, блок, полигон, 5 – области когерентного рассеяния

Схематично в пределах зерна любого поликристалла (рис. 1.9) можно обозначить:

1. **Отдельные дислокации**, располагающиеся беспорядочно, встречающиеся в отожженном металле или на начальных этапах деформации (микропластическая деформация). Плотность таких дислокаций в промышленных сплавах может быть различной и определяется предшествующей обработкой.

2. **Дислокационные скопления, сплетения, сетки, стенки**. Такие дислокационные построения возникают на начальных стадиях пластической деформации, при развитии процессов возврата, частичной полигонизации и т. д.

3. **Ячеистые структуры** возникают при активной деформации в условиях дислокационного скольжения и характеризуются неоднородностью по плотности дислокаций в объеме. На начальных стадиях возникновения ячеистых субструктур дислокации образуют скопления с освобождением объемов будущих ячеек. При значительной пластической деформации в холодном состоянии формируется ячеистая субструктура с высокой плотностью дислокаций в границах ячеек и весьма низкой плотностью в объемах.

4. **Фрагменты, блоки, полигоны** – разориентированные области зерна, разделенные малоугловыми границами дислокационной природы. Границы могут быть тонкими и широкими и, в зависимости от расположения дислокаций, состоять из участков границ наклона, кручения и смеси этих участков. Субграницы наклона состоят

из системы дислокаций одного знака в виде вертикальных стенок, кручения – из системы сеток винтовых дислокаций.

Строгого разграничения понятий «фрагмент», «блок», «полигон» пока не сформулировано, но, вероятно, главное отличие заключается в их происхождении.

Блоки возникают при кристаллизации, при деформации и часто являются следствием диссипации значительных внутренних напряжений (например, при формировании блочного низкоуглеродистого мартенсита). Размеры блоков и их разориентировки для различных материалов слабо зависят от условий и степени деформации на установившейся стадии. Обычно границы блоков выражены четко и состоят из однородных стенок и дислокационных сеток. В стенах расположены краевые дислокации, в сетках винтовые. Степень совершенства границ тем выше, чем больше температура.

Фрагменты возникают при развитой пластической деформации металла в виде разориентированных областей мезоскопического размера (порядка долей микрометра). В отличие от блочной, фрагментированная структура изменяется в течение деформации. Углы разориентировки между фрагментами зависят от степени деформации и достигают десятков градусов. Фрагментация является естественным продолжением развития ячеистой структуры, в которой объем ячеек очищается от дислокаций, а границы становятся узкими. Однако не следует считать, что каждый фрагмент возникает на месте определенной ячейки. Фрагментированная структура развивается не эволюционно, а революционно, по типу фазового перехода за счет зарождения и перемещения частичных дисклинаций.

Полигоны появляются при развитии полигонизации – процесса перестройки дислокаций при нагреве после холодной пластической деформации. Возможна и динамическая полигонизация, происходящая во время пластической деформации в определенном интервале повышенных температур.

Субзерна представляют собой внутризеренные области, разделенные субграницами (наклона, кручения или смешанными) с увеличенной (по сравнению с блочной) разориентировкой. Они могут состоять из системы блоков, фрагментов или могут не содержать внутренних подразделений.

Области когерентного рассеивания имеют рентгенографическое происхождение – они введены для объяснения пониженной интенсивности рентгеновских интерференции. Современные физические представления идентифицируют области когерентного рассеивания с малыми участками матрицы, имеющими размеры $10 \dots 1000 \text{ \AA}$, разориентированными на весьма малые углы. Условно перечисленные субструктурные (внутризеренные) подразделения можно расположить в некий размерный ряд (табл. 1.6, рис. 1.9).

Следует отметить, что в реальных металлах можно обнаружить перечисленные субструктурные подразделения в различных сочетаниях. Например, зерно может иметь субзерна, но не содержать дислокационных ячеек или зерно может иметь только области когерентного рассеивания. Часто в фрагментах-полигонах обнаруживается повышенная плотность «свежих» дислокаций леса, которые появились уже после формирования полигонизованной субструктуры при последующей теплой пластической деформации. Весьма условными следует считать и размеры микродефектов, указанные в табл. 1.6. В зависимости от размеров зерна, вида и параметров обработки металла эти размеры могут изменяться в очень широких пределах.

Таблица 1.6

Размеры и ориентационная классификация микродефектов реального металла

Наименование структурного элемента	Характеристика микродефектов	
	Средний размер, см	Угол разориентировки
Зерно	$10^{-1} \dots 10^{-2}$	$0 \dots 180^\circ$
Субзерно	$10^{-3} \dots 10^{-4}$	1.5°
Фрагмент, блок, полигон	$10^{-14} \dots 10^{-5}$	$20 \dots 60'$
Область когерентного рассеивания	$10^{-6} \dots 10^{-7}$	$10 \dots 60''$

Более важной характеристикой структурных, внутризеренных (субструктурных) подразделений является их *разориентировка*. Этот показатель служит главным аргументом при отнесении конкретного дефекта к тому или иному подразделению. Например, если рассматриваемый объем имеет весьма малый размер ($\sim 1 \cdot 10^{-4}$ см), но повернут относительно соседнего объема на значительный угол ($\sim 15 \dots 30^\circ$), то его следует отнести не к фрагменту или полигону,

а к зерну. В реальном металле не обязательно можно встретить целый набор субструктурных подразделений. Чаще бывает так, что зерно содержит ячейки (если была холодная пластическая деформация) или полигоны (если после деформации еще был и нагрев). Очень важен и учет дислокационной структуры границ.

Границы ячеек представляют собой скопления (переплетения) дислокаций значительной ширины. **Границы полигонов и фрагментов** имеют малую ширину и построены из дислокационных систем, часто одного знака. В случае вертикальных стенок краевых дислокаций субграницы называют границами наклона; если это системы сеток из винтовых дислокаций – границами кручения. Часто встречаются и смешанные системы.

На рис. 1.10 приведена классификация дефектных структур, возникающих при деформации, предложенная Томской научной школой (Н. А. Конева с соавторами).

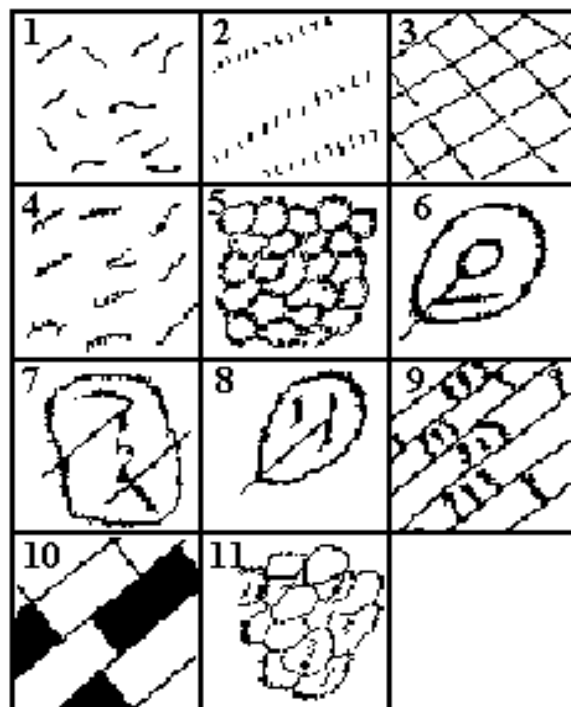


Рис. 1.10. Классификация типов дефектных структур ГЦК сплавов:
 1 – хаотическое распределение дислокаций, 2 – дислокационные скопления,
 3 – сетчатая субструктура, 4 – клубки, 5 – ячейки без разориентировки,
 6 – петли частичных дисклинаций, 7 – диполи частичных дисклинаций, 8 – отдельные оборванные границы в полосовой субструктуре, 9 – одномерная полосовая субструктура, 10 – шашечная субструктура; 11 – субструктура с дискретными и непрерывными разориентировками

Последние 6 типов структур авторы наблюдали на III и IV стадиях пластического течения и определили как дислокационно-дисклинационные. Кроме того, для структур 6–11 характерно наличие избыточной плотности дислокаций.

1.4. Текстуры деформации

При деформации кристаллиты поликристалла 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 роста степени деформации. В результате в сильно деформированных металлах возникает отчетливая *текстура деформации*, т. е. преимущественная кристаллографическая ориентировка зерен. Даже незначительная текстурованность улавливается специальными рентгеновскими методами и при деформации в несколько процентов (см. ниже).

Наличие текстур и их характер связаны с поворотами решетки, происходящими в результате движения дислокаций в кристаллитах. Этот поворот не является однородным внутри каждого зерна. 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.

При волочении возникает так называемая *аксиальная текстура*, которая проявляется в том, что все кристаллиты ориентируются определенным кристаллографическим направлением $\langle uvw \rangle$ вдоль направления протяжки, но вокруг оси $\langle uvw \rangle$ кристаллиты занимают произвольное положение. Так, при протяжке металлов с решеткой ОЦК–Fe, W, Mo, Nb и др. параллельно направлению волочения (оси проволоки) устанавливается направление $\langle 110 \rangle$ (табл.1.7).

Основная система скольжения в ОЦК металлах– $\{110\} \langle 111 \rangle$. Но в плоскости $\{110\}$ имеются два равноправных направления из семейства $\langle 111 \rangle$ (рис. 1.11). Эти два направления, например, $[111]$ и $[\bar{1}\bar{1}1]$ на рис. 1.11, 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. 1.11 $[001]$ и $[110]$. Практически реализуется направление $\langle 110 \rangle$, так как для него угол ($\varphi_1/2$ с направлением $\langle 111 \rangle$ меньше, чем угол ($\varphi_2/2$ между $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$).

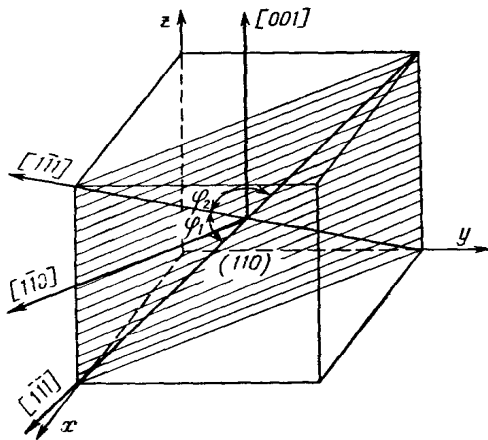


Рис. 1.11. Схема, поясняющая установление направления $[110]$ в качестве оси текстуры волочения у металлов с решеткой ОЦК

Волокнистые текстуры. Текстуры материалов, деформированных одноосными процессами, как например, растяжение, волочение, экструзия, являются неизменяемыми волокнистыми текстурами и в более общем виде представлены обратными полюсными фигурами (ОПФ). Для ГЦК металлов текстура описывается просто как двойная волокнистая с направлениями $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ параллельными к оси деформации. Соответствующие вклады определяются ЭДУ и изменяются от нуля $\langle 100 \rangle$ компонента в металлах типа алюминия (высокое значение ЭДУ) до 100% в материалах с высоким значением ЭДУ, как серебро. Для ОЦК металлов чаще всего встречается текстуры типа $\langle 110 \rangle$, для ГП металлов – $\langle 1010 \rangle$. Текстуры сжатия несколько отличаются от текстур растяжения. Для ГЦК металлов чаще встречаются текстура $\langle 110 \rangle$, но в металлах с низкими значениями ЭДУ встречаются $\langle 111 \rangle$. В большинстве ОЦК металлов развивается смешанная текстура с компонентами $\langle 100 \rangle$ 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 плоскости и направления.

Сложную деформацию прокаткой можно условно представить как растяжение вдоль оси прокатки и сжатие в направлении,

перпендикулярном поверхности образца. В соответствии с рассмотренным выше случаем волочения для решетки ОЦК вдоль направления растяжения при прокатке, т. е. параллельно направлению прокатки должно установиться направление $\langle 110 \rangle$. Это значит, что в результате сжатия перпендикулярно направлению сжатия должна установиться кристаллографическая плоскость, содержащая направление $\langle 110 \rangle$.

Основным методом расшифровки и анализа текстур является рентгеновский. Прежде всего, с помощью этого метода легко устанавливается наличие или отсутствие текстуры.

Таблица 1.7

Характеристики текстуры в ОЦК и ГЦК металлах и сплавах

Характер деформации	Металл	Решетка	Характеристика текстуры	Примечания
Волочение проволоки и прессование	Fe, Mo, W	ОЦК	[110]	Введение добавок в твердый раствор не меняет текстуры
	Ni, Cu, Al, Pb	ГЦК	[111] – 60% [110] – 40% [111] – 100%	
Одноосное сжатие	Fe	ОЦК	[111] и [100] параллельно оси сжатия	Кроме этой основной ориентировки есть несколько слабых
	Ni, Cu, Al	ГЦК	[110]	
Прокатка	Fe	ОЦК	(100) [011]	
	Fe+Si	ОЦК	(112) [110] (111) [112]	
	Ni, Cu, Al	ГЦК	(100) [112]	
	Fe-Ni Cu-Zn Cu-Sn Cu-Ni		(112) [111]	

При сжатии в скольжении 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 плоскости, содержащей два направления из семейства $\langle 100 \rangle$ и одно из $\langle 110 \rangle$, но таким требованиям удовлетворяет плоскость типа $\{100\}$, которая и должна располагаться перпендикулярно направлению сжатия. Это и должно привести к текстуре (100) [011], которая наблюдается в металлах с решеткой ОЦК. Очевидно, вследствие того, что число возможных систем скольжения, особенно в ОЦК металлах, больше одной, при прокатке, как правило, возникает не одна, а несколько ориентировок, т. е., все кристаллиты разбиваются на несколько групп, каждая из которых имеет свою ориентировку. 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.

Так, текстура холоднокатаного железа характеризуется тремя ориентировками, записанными в порядке убывания их вероятности: $(1 \bar{1}2) [110]$; $(001) [110]$; $(111) [11 \bar{2}]$.

Текстуры в гексагональных металлах

Информация о текстурах в ГП металлах ограничена. Однако можно предполагать, что на текстуру влияет значение c/a и действие частичных систем скольжения.

Если отношение c/a близко к 1,633, текстура прокатки имеет сильную компоненту $\{0001\} \langle 1100 \rangle$ как прямое следствие базисного скольжения. В цинке (рис. 1.12, а) и кадмии ($c/a > 1,633$) базисные плоскости отклоняются на $\sim 20-30^\circ$. Такая текстура предсказуема, когда базисное скольжение комбинируется с двойникованием. Для остальных металлов с $c/a < 1,633$, например, магния (рис. 1.12, б) базисные плоскости поворачиваются вокруг плоскости прокатки, но в это время ось поворота параллельна направлению прокатки, ось поворота $\langle 1010 \rangle$.

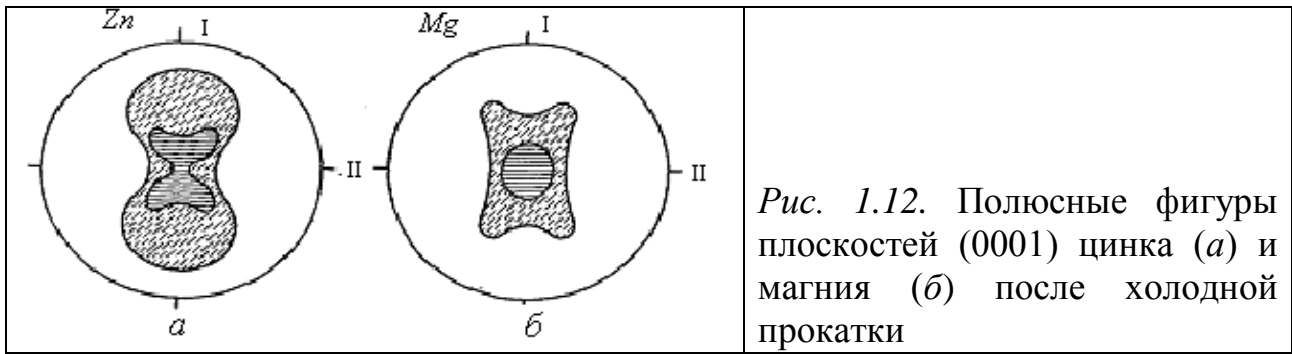


Рис. 1.12. Полюсные фигуры плоскостей (0001) цинка (а) и магния (б) после холодной прокатки

Контрольные вопросы

1. Что является источником запасенной энергии пластической деформации?
2. Как влияет схема деформации на запасенную энергию пластической деформации?
3. Как и почему возникает деформационная неоднородность?
4. Какова роль деформационных неоднородностей в последующих рекристаллизационных процессах?

ГЛАВА II. СТРУКТУРА И ЭНЕРГИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН

В этой главе приводятся некоторые аспекты структуры и свойств границ зерен, а в следующей главе будут рассмотрены их подвижность и миграция.

Если рассматривать границу, как она изображена на рис. 2.1, ее геометрия описывается плоскостью границы AB , которая относится к обоим кристаллитам (две степени свободы) и небольшим поворотом θ , необходимым для стыковки (совпадения) кристаллитов (три степени свободы). Следовательно, геометрия границы макроскопически определяется пятью степенями свободы. Кроме того, структура границы зависит от трех микроскопических степеней, которые являются неподвижными (жесткими) трансляциями параллельно и перпендикулярно границе. Структура границ зерен (ГЗ) также зависит от локальных искажений (*displacements*) на атомном уровне, внешних переменных, как температура, давление, и внутренних переменных как связь, состав и дефектная структура. Поскольку большинство свойств ГЗ зависит от ее структуры, знание структуры ГЗ необходимо для понимания ее поведения.

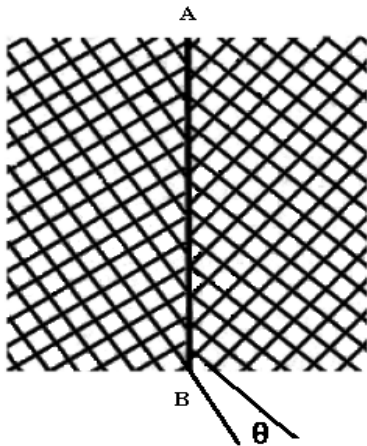


Рис. 2.1. Граница между двумя кристаллами, разориентированными на угол θ относительно нормали к плоскости страницы

В зависимости от угла разориентировки θ границы принято делить на *высокоугловые* (ВУГ) и *малоугловые* (МУГ). Значение θ , при котором имеет место переход от ВУГ к МУГ, принято между 10° и 15° . МУГ состоят из стенок дислокаций, и их свойства являются функцией θ , тогда как структура и свойства ВУГ в общем не зависят от разориентировки. Существуют еще специальные границы, которые имеют специфическую структуру и свойства.

2.1. Ориентационные соотношения между зернами

Как показано выше, для описания границ необходимо пять степеней свободы, но в большинстве случаев мы пренебрегаем ориентировкой плоскости границ и рассматриваем только три параметра, определяющих разориентировку между двумя зернами.

В кубических кристаллах ввиду симметрии соответствующие ориентировки могут быть представлены 24 различными способами. В отсутствии какой-либо специальной симметрии удобно описывать поворот парой «угол/ось» соответствующей меньшему углу разориентировки. Следовательно, значения θ ограничены, и, как показал Маккензи (1958), максимальное значение $\theta = 45^\circ$ для направления $\langle 100 \rangle$, $\theta = 60^\circ$ для направления $\langle 111 \rangle$, $\theta = 60,72^\circ$ для направления $\langle 110 \rangle$ и наибольшее значение $\theta = 62,8^\circ$ для направления $\langle 121 \rangle$. Для поликристалла с зернами со случайными разориентировками распределение разориентировок показано на рис. 2.2 со средними значениями 40° .

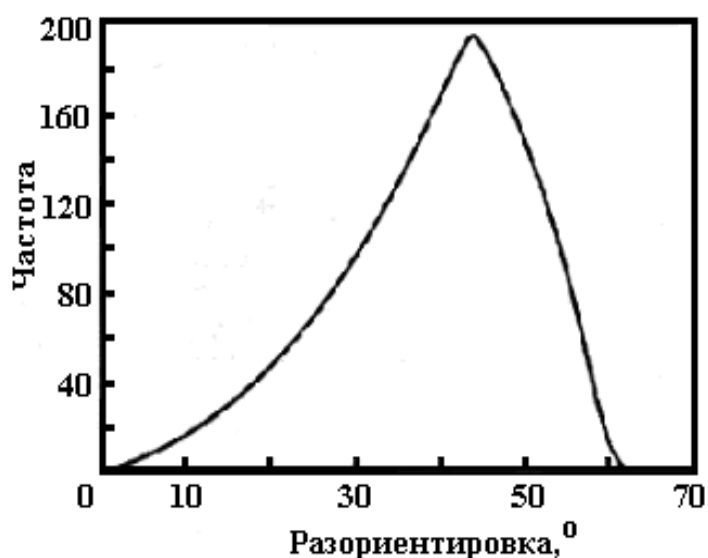


Рис. 2.2. Распределение разориентировок для случайно ориентированных зерен

2.2. Малоугловые границы

Малоугловые границы, или субграницы, состоят из множества дислокаций. Простейшая МУГ – *симметричная граница наклона* – схематически показана на рис. 2.3. Граница состоит из стенки параллельных краевых дислокаций, выстроенной перпендикулярно к плоскости скольжения.

Границы наклона. Если расстояние между дислокациями с вектором Бюргерса b в границе равно h , кристалл с другой стороны границы разориентирован на малый угол θ (рис. 2.3),

$$\theta = \frac{b}{h}. \quad (2.1)$$

Энергия такой границы γ_s , равна

$$\gamma_s = \gamma_0(A - \ln \theta), \quad (2.2)$$

где $\gamma_0 = \frac{Gb}{4\pi(1-\nu)}$, $A = 1 + \ln \frac{b}{2\pi r_0}$, r_0 – радиус ядра дислокации, обычно принимается $b \dots 5b$.

Согласно этому уравнению, энергия границы наклона увеличивается с увеличением разориентировки (рис. 2.4). Комбинация уравнений (2.1) и (2.2) показывает, что с увеличением значений θ энергия, приходящаяся на дислокацию, уменьшается, как показано на рис. 2.4. Следовательно, энергия в материале меньше, чем, если бы такое же количество дислокаций располагалось бы в меньшем количестве границ, но с бóльшими разориентировками.

Чаще уравнение (2.2) используется в нормализованном виде

$$\gamma = \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right). \quad (2.3)$$

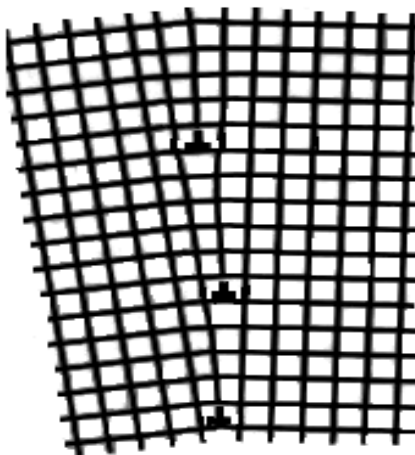


Рис. 2.3. Симметричная граница наклона

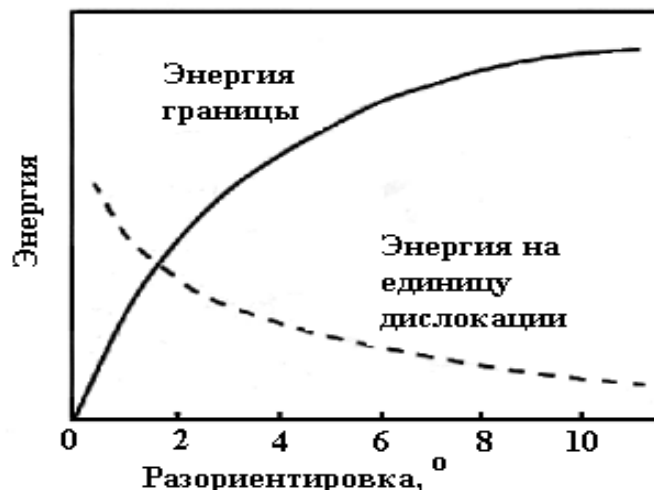


Рис. 2.4. Энергия границы наклона и энергия, приходящаяся на дислокацию, как функция разориентировки

Другие малоугловые границы. Обычно дислокации с двумя или более векторами Бюргера формируют двумерные сетки, характер которых зависит от типа дислокаций. Например, граница кручения может быть образована двумя наборами винтовых дислокаций. Если вектора Бюргера двух наборов дислокаций ортогональны (рис. 2.5, *a*), граница содержит квадратную сетку дислокаций. Если же вектора Бюргера как сплетения (рис. 2.5, *б*), может образоваться гексагональная сетка. Если расстояние между дислокациями h , разориентировка будет описана уравнением (2.1).

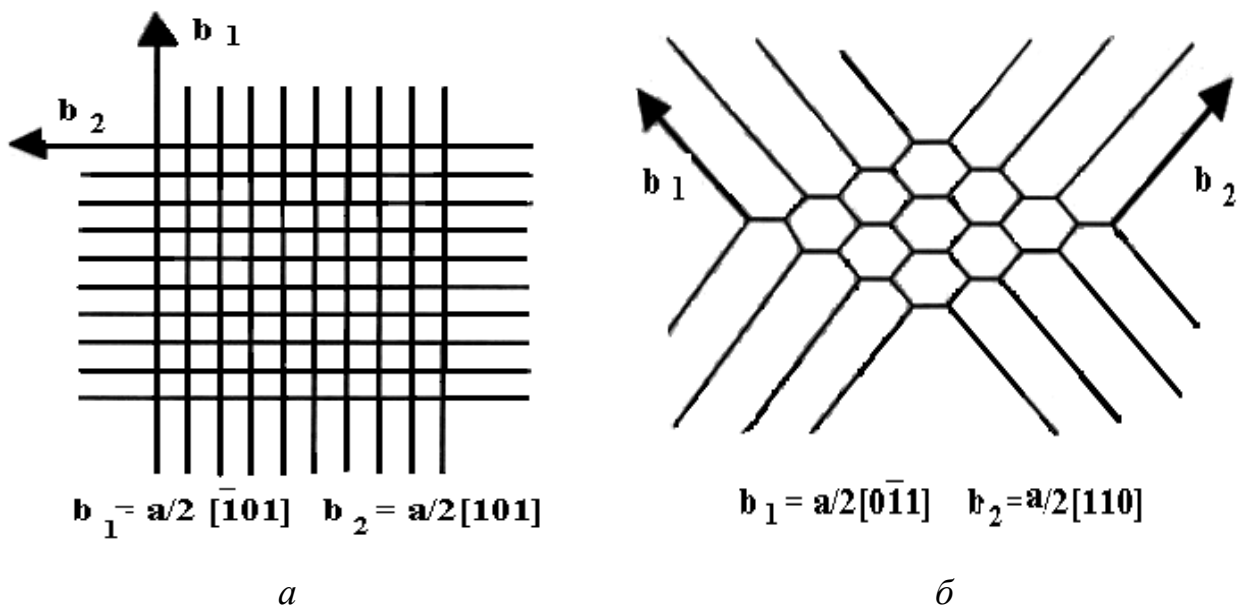


Рис. 2.5. Образование малоугловых границ кручения из стенок дислокаций: *a* – квадратная сетка из винтовых дислокаций с перпендикулярными векторами Бюргера, *б* – гексагональная сетка из винтовых дислокаций с векторами Бюргера под углом 120°

2.3. Высокоугловые границы

В то время как структура МУГ достаточно понятна, меньше известно о структуре ВУГ. Некоторые ранние теории предполагали, что граница состоит из тонких «аморфных слоев». В настоящее время известно, что в границе имеются области «хорошего» и «плохого» сопряжения между двумя зернами. Концепция *решетки совпадающих узлов* (PCU), компьютерное моделирование и высокоразрешающая электронная микроскопия позволили значительно расширить наши представления в этой области.

Решетка совпадающих узлов. Рассмотрим две перекрывающиеся решетки и повернем их до положения, когда некоторые их узлы совпадут (рис. 2.6). Эти совпадающие узлы формируют РСУ. Обратная величина отношения узлов совпадения к количеству узлов решетки обозначена Σ . Например, на рис. 2.6 показан случай с $\Sigma 5$. В общем случае, когда нет простого ориентационного соотношения между зернами, значения Σ большие, граница не имеет специфических свойств и относится к *произвольным границам*. Для определенного ориентационного соотношения, когда имеет место хорошее соответствие между зернами, Σ мало, и это может придать границе особые свойства. Пример – *когерентная граница* ($\Sigma 3$) показанная на рис. 2.7.

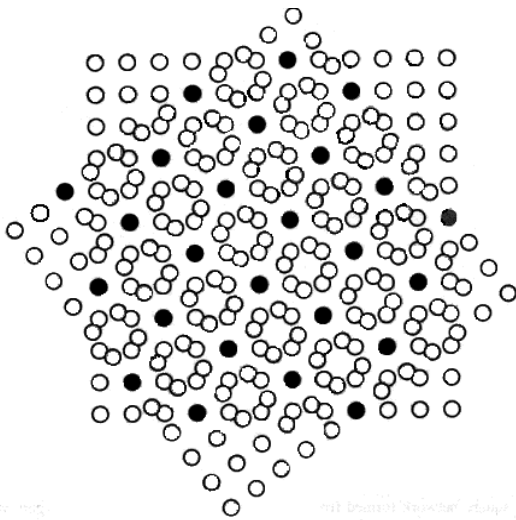


Рис. 2.6. Решетка совпадающих узлов ($\Sigma 5$), образованная двумя простыми кубическими кристаллами, повернутыми на угол 36.9° вокруг направления $\langle 001 \rangle$

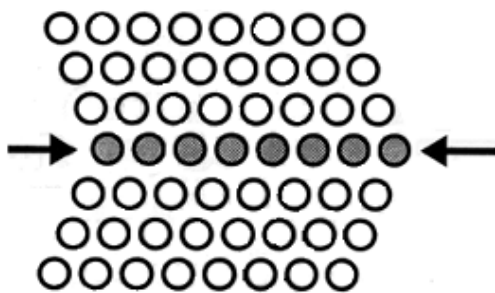


Рис. 2.7. Когерентная граница двойника

Табл. 2.1 показывает соотношение между Σ и поворотом «угол/ось» для границ до $\Sigma 29$.

Соотношение между Σ и поворотом «угол/ось» для границ до $\Sigma 29$

Σ	1	2	5	7	9	11	13a	13b
θ	0	60	36.87	38.21	38.94	50.48	22.62	27.80
$\langle uvw \rangle$	любое	$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
Σ	15	17a	17b	19a	19b	21a	21b	
θ	48.19	28.07	61.93	26.53	46.83	21.79	44.40	
$\langle uvw \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 211 \rangle$	
Σ	23	25a	25b	27a	27b	29a	29b	
θ	40.45	16.25	51.68	31.58	35.42	43.61	46.39	
$\langle uvw \rangle$	$\langle 311 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 331 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	

Структура высокоугловых границ. Атомная структура вблизи границы определяется релаксацией атомов, которая зависит от силы связи. Компьютерное моделирование таких структур показывает, что поддерживается высокий уровень когерентности в области границы, и формируются периодические структуры (рис. 2.8).

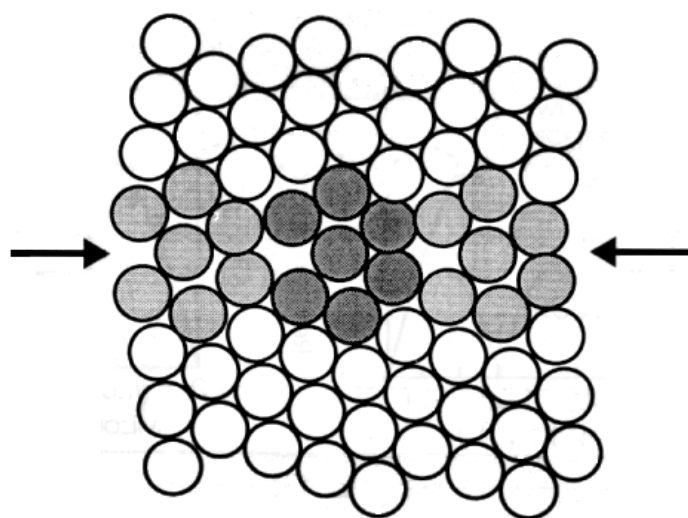


Рис. 2.8. Повторяющиеся структурные элементы в специальной границе

Σ является геометрическим отношением, и любое отклонение от точного значения разрушает РСУ. Однако даже в такой ситуации структура границы может поддерживаться зернограничными дислокациями (ЗГД), которые локально обеспечивают аккомодацию нестыковок, так же как в МУГ. Вектор Бюргера ЗГД может быть меньше, чем у решеточных дислокаций. Некоторые ЗГД ассоциируются со ступеньками в границе. Эти дефекты границы играют важную роль в подвижности границ.

Исследование структуры ГЗ различными высокоразрешающими методами подтверждают данные компьютерного моделирования.

2.4. Неравновесное состояние границ

Рассмотренные выше особенности строения границ являются собственными для границы и не являются неравновесными дефектами зернограницной структуры. Термин «*неравновесные границы*» был введен Грабским и Корским (1970), но особенно часто он используется последние 30 лет. Причем этот термин применяется к самым различным состояниям границ: границы с неравновесной концентрацией точечных дефектов, границы с искривленной поверхностью, границы, содержащие захваченные решеточные дислокации и внесенные ЗГД. Равновесное состояние границы характеризуется минимальной свободной энергией при заданных кристаллогеометрических параметрах и внешних условиях, тогда как неравновесное состояние – повышенной энергией, обусловленной наличием дефектов в структуре границы.

Критерием для разделения границ на равновесные и неравновесные является *критерий совместности кристаллографических параметров границы*. Пусть граница образована путем стыковки двух разориентированных кристаллов так, что их грани примыкают друг к другу. Тогда нормаль к граничной поверхности в системе координат одного кристалла – h_1 , в системе координат другого – h_2 . Тогда связь между параметрами разориентировки и плоскости границы описывается соотношением:

$$\bar{n}_2 = \hat{\theta} \times \bar{n}_1, \quad (2.4)$$

то есть стыковка двух кристаллов без их деформации для образования границы с заданной разориентировкой ($\hat{\theta}$) возможна только в случае, когда стыкующиеся поверхности кристаллов удовлетворяют соотношению (2.4). В этом случае граница будет равновесной. Если оно не выполняется, для образования границы нужна деформация. Границы, параметры которых несовместны, образуют класс неравновесных границ.

Неравновесное состояние зернограницной структуры чаще всего образуется в результате взаимодействия границ с решеточными дислокациями. Когда дислокация выходит из кристалла на границу, поверхность зерна, образующая границу, меняется. При этом, если разориентировка (вдали от границы) не меняется, параметры $\theta, \bar{n}_1, \bar{n}_2$ этой границы могут стать несовместными, у границы появятся дальнедействующие упругие поля, которые связаны с вошедшими в границу дислокациями.

Мы в дальнейшем будем рассматривать в основном неравновесное состояние границ, обусловленное присутствием дефектов дислокационного характера, подразумевая, что такая граница имеет нескомпенсированные дальнедействующие напряжения от других элементов структуры границы. Изучение таких границ имеет особый интерес, поскольку они играют определяющую роль во многих процессах пластической деформации и рекристаллизации.

Границы зерен деформационного происхождения.

До недавнего времени считалось, что при деформации в температурном интервале $T < (0,3-0,4) T_{пл}$ могут образоваться лишь малоугловые дислокационные границы. В последние годы установлено, что в сильнодеформированных кристаллах формируются высокоугловые границы при разных схемах деформации. Образование новых границ при невысоких температурах деформации происходит при относительно больших степенях деформации – $e = 0,2-0,4$. Сначала они представляют собой оборванные границы (частичные дисклинации) в виде диполей или мультипольных конфигураций. Очевидно, что появление таких границ связано с ротационными модами деформации. Образование таких границ весьма неоднородно в поликристалле и даже в пределах одного зерна. Формирование сплошной сетки границ, т. е. фрагментация структуры, происходит, прежде всего, в приграничных областях. Только при больших степенях деформации фрагментация охватывает весь образец.

Исследования показывают, что все границы деформационного происхождения, независимо от величины разориентировки, являются *моногораницами*, то есть, с точностью до ширины электронно-микроскопического дифракционного контраста ни одну из них не удастся расчленить на совокупность более тонких параллельных друг другу границ. При углах разориентировки $\theta < 3^\circ$ эти границы имеют дислокационную структуру. Они весьма несовершенны, как правило, окружены дислокационной «бахромой». С увеличением разориентировки границы становятся тоньше, иногда такой тип структуры называют *разориентированной ячеистой структурой*. При $\theta > 10-15^\circ$ новые границы по многим морфологическим и кристаллогеометрическим признакам напоминают обычные высокоугловые границы. Существенным их отличием является многочисленные источники дальнедействующих напряжений. Это указывает на то, что границы деформационного происхождения неравновесны.

2.5. Взаимодействие границы с частицами второй фазы

Выделение частиц оказывает тормозящее действие на МУ и ВУ границу. Это может оказать значительное влияние на процессы возврата, рекристаллизации, роста зерен. Этот эффект известен как *Зинеровское торможение*.

Сила торможения, вызванная изолированной частицей.

Рассмотрим взаимодействие границы с энергией γ со сферической некогерентной частицей радиусом r . Если граница встречается с частицей под углом β , как показано на рис. 2.9, сила торможения равна

$$F = 2\pi r\gamma \cos \beta \cdot \sin \beta. \quad (2.5)$$

Максимальный тормозящий эффект будет при $\beta = 45^\circ$,

$$F_s = \pi r\gamma. \quad (2.6)$$

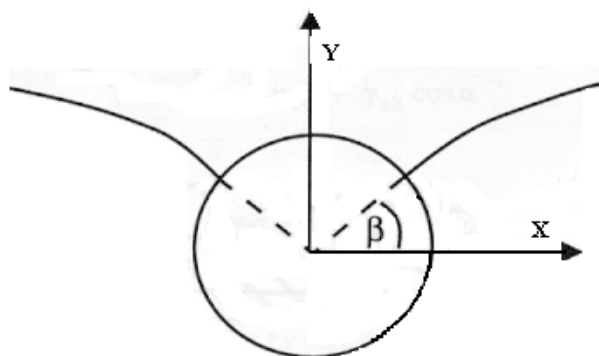


Рис. 2.9. Взаимодействие границы со сферической частицей

Необходимо отметить, что когда граница пересекает частицу, частица занимает область границы, равную длине пересечения, следовательно, энергия системы снижается. Таким образом, *границы являются предпочтительными местами для частиц*.

Влияние формы частицы. Форма частицы, если она не сферическая, будет оказывать пиннинг. Рассмотрим взаимодействие частицы эллипсоидальной формы с границей (рис. 2.10). Расчет силы торможения для двух случаев, представленных на рис. 2.10, а, дает максимальные значения.

Случай 1
$$F_1 = F_s \left(\frac{2}{(1+e)e^{1/3}} \right). \quad (2.7)$$

Случай 2 для $e \geq 1$
$$F_2 = F_s \left(\frac{1 + 2,14e}{\pi e^{1/2}} \right); \quad (2.8)$$

для $e \leq 1$
$$F_2 = F_s e^{0,47}, \quad (2.9)$$

где e – эксцентричность для эллипсоидальной частицы. При $e = 1$ частица сферическая, и F_s сила торможения от сферической частицы такого же объема. Рис. 2.10, б показывает, как F_1 и F_2 изменяются для частицы постоянного объема. Видно, что сила пиннинга существенно больше, чем от сферической частицы.

Рингер и др. рассматривали случай взаимодействия границы с кубической частицей. Сила взаимодействия зависит от ориентировки куба, и в предельном случае, когда грань куба параллельна границе, сила торможения вдвое больше, чем от сферической частицы того же объема.

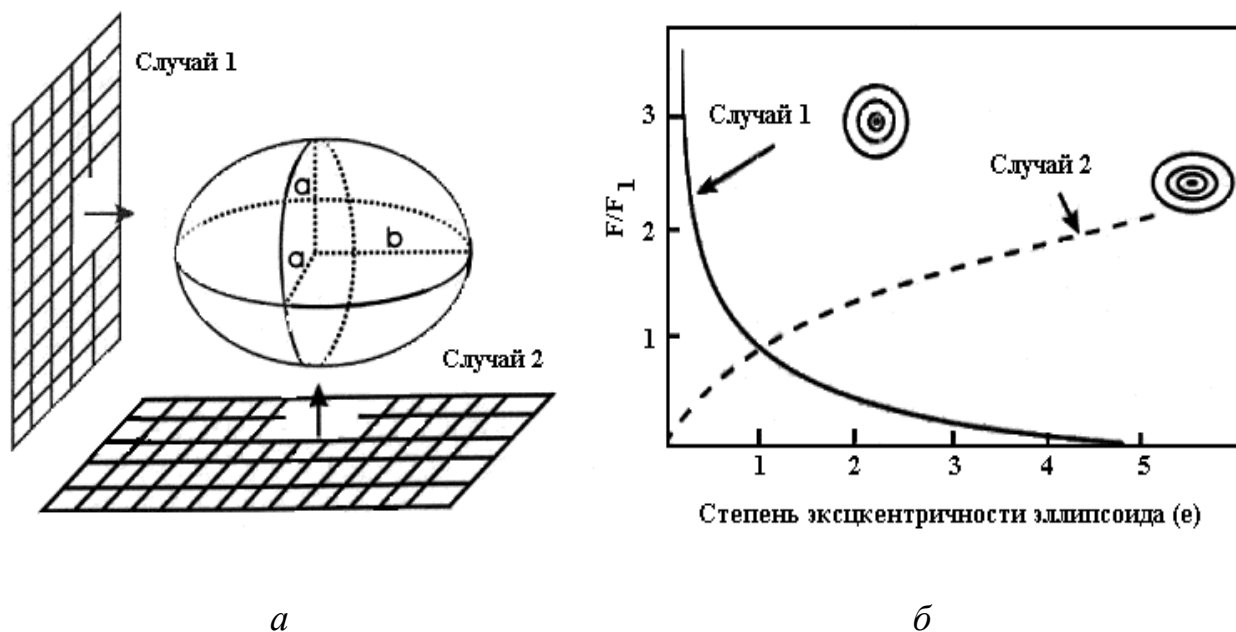


Рис. 2.10. Взаимодействие частицы эллипсоидальной формы с границей (а) и сила торможения границы для случаев 1 и 2 (б)

Когерентные частицы. Если ВУ граница мигрирует за когерентной частицей, частица теряет когерентность. Поскольку энергия на некогерентной границе больше, чем на когерентной, для такого изменения требуется энергия, и она должна быть приложена мигрирующей границей. Следовательно, когерентные частицы оказывают большой эффект пиннинга.

Для зерна 1 и 2 и частицы 3 (рис. 2.11, а), энергии границы равны γ_{12} γ_{13} γ_{23} соответственно. Эти границы встречаются на поверхности частицы, и если устанавливается равновесие, то

$$\gamma_{23} = \gamma_{13} + \gamma_{12} \cos\alpha, \quad (2.10)$$

$$\cos\alpha = \frac{\gamma_{23} - \gamma_{13}}{\gamma_{12}}. \quad (2.11)$$

Тогда сила торможения равна

$$F_C = 2\pi r \gamma \cos(\alpha - \theta) \cos\theta. \quad (2.12)$$

F_C максимальна при значениях $\theta = \alpha/2$ и $\alpha=0$, т. е.

$$F_C = 2\pi r \gamma. \quad (2.13)$$

Таким образом, когерентные частицы вдвое эффективнее в пиннинге ГЗ, чем некогерентные частицы такого же размера.

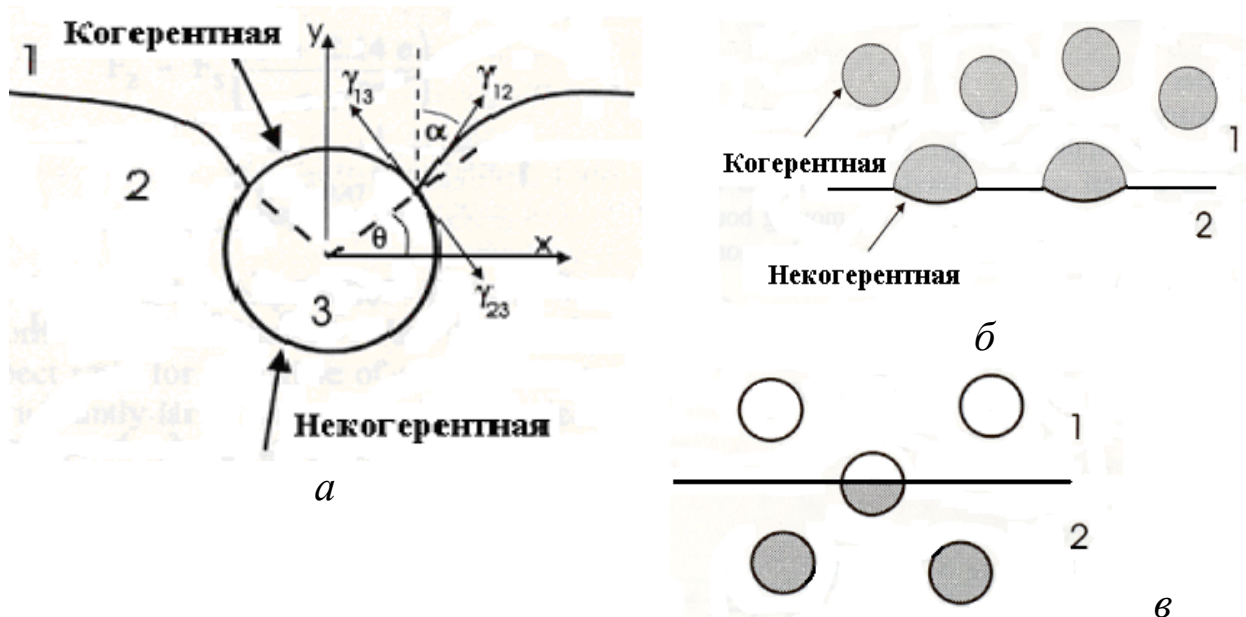


Рис. 2.11. Взаимодействие между когерентной частицей и ВУГ границей:
 а – граница огибает частицу, б – граница останавливается у частицы,
 в – граница перерезает частицу

Проход ВУ границы за когерентной частицей приводит к потере когерентности частицы. Так как маленькая некогерентная частица менее стабильна, возможны другие взаимодействия: например, частица может раствориться во время прохождения границы и повторно выделиться в когерентной форме; она может переориентироваться в когерентную, или граница может перерезать частицу.

Когерентные частицы в стационарной границе. Если движущая сила недостаточна, чтобы граница преодолела или растворила когерентные частицы вдоль границы, то они становятся некогерентными. Вследствие этого равновесная форма частицы станет такой, как показано на рис. 2.11, б. Увеличение радиуса кривизны частицы на границе увеличивает пиннинг границы.

2.6. Взаимодействие границ с решеточными дефектами

Взаимодействие границ с дефектами решетки играет важную роль в рекристаллизационных процессах.

Взаимодействие границ с точечными дефектами. Границы зерен, во-первых, являются наиболее эффективными источниками и стоками вакансий, во-вторых, местами ускоренной диффузии. Компьютерным моделированием показано, что для каждой границы существует равновесная концентрация вакансий C_0 , при которой энергия границы минимальна. Если концентрация вакансий в границе больше C_0 , то граница будет испускать вакансии, если меньше – поглощать вакансии из объема зерен. Понятно, что в любой границе вакансии нарушают более или менее локально структуру границы, могут мигрировать по границе, подобно тому, как они мигрируют в решетке.

Сегрегация примесей на границах зерен. Известно, что примеси и легирующие атомы концентрируются на границах. Современные представления о строении ВУ границ позволяют предсказать места в границе для размещения примесей (внедрения и замещения). Структура границы имеет поры разной конфигурации, в которых может размещаться примесь внедрения. Различие в параметре кристаллической решетки и РСУ создают условия для размещения примесей замещения. Около зернограницных дислокаций могут образоваться атмосферы, подобные атмосферам Коттрелла. В следующей главе мы подробнее рассмотрим влияние примесей на скорость миграции границ.

Взаимодействие ВУ границ с решеточными дислокациями. Под таким взаимодействием понимают действие ВУ границ как источников и стоков для дислокаций. Однако из этого не следует, что дислокация, попадая в границу, «растворяется» в ней бесследно. Как мы знаем, границы имеют кристаллически упорядоченную структуру. Следовательно, решеточная дислокация, попадая в границу, остается дискретным дефектом кристаллического строения,

и взаимодействие дислокации с границей заключается в сложной структурной перестройке. Просто оборваться на границе дислокация не может – она должна продолжиться в границе зернограницной дислокацией (одной или несколькими). В поликристалле решеточные дислокации вместе с зернограницными должны образовать единую замкнутую систему. Следовательно, взаимодействие решеточных дислокаций с ВУ границами сводится к взаимным превращениям внутризеренных и зернограницных дислокаций. Как при всяких дислокационных реакциях, здесь действуют законы непрерывности дислокационной линии, сохранения вектора Бюргерса, кроме того – правило сохранения высоты ступенек, связанных с зернограницной дислокацией.

Движущиеся решеточные дислокации попадают в границы зерен при пластической деформации (а в рекристаллизационных процессах мигрирующие границы захватывают дислокации). Плотность таких дефектов возрастает с увеличением степени деформации. Захваченные границей решеточные дислокации препятствуют вхождению в границу новых дислокаций, что и является проявлением упругого взаимодействия дислокаций с неравновесными границами. Каждая граница способна принять ограниченное число решеточных дислокаций до их поверхностной плотности (т. е. суммарной длины дислокаций на единице поверхности границы) $\sim 10^7 \text{ м}^{-1}$. После насыщения границ дислокации тормозятся внутри зерен отталкивающими полями захваченных границей дислокаций.

При определенных условиях решеточные дислокации могут не только входить в границы, но и проходить через нее. Этот процесс имеет важное значение для передачи скольжения от зерна к зерну. В. В. Рыбин, А. Н. Орлов и В. Н. Перевезенцев рассмотрели последовательность дислокационных перестроек при прямом переходе решеточной дислокации из одного зерна в другое через симметричные и несимметричные границы наклона и границы кручения, когда плоскости скольжения соседних зерен выходят на границу вдоль одной линии. Для того чтобы преобразовать решеточную дислокацию с вектором Бюргерса \vec{b}_1 зерна 1 в дислокацию с вектором Бюргерса \vec{b}_2 зерна 2, нет необходимости зарождения новой петли дислокации \vec{b}_2 , а достаточно образования ЗГД с вектором Бюргерса $\Delta\vec{b} = \vec{b}_1 - \vec{b}_2$ (это так называемая *дислокация*

ориентационного несоответствия). Энергетические и силовые критерии прохождения сдвига через границу при таком процессе могут существенно быть снижены. В случае, когда плоскости скольжения двух зерен на границе значительно рассогласованы, для перехода решеточной дислокации через границу требуется переориентация линии вошедшей в границу дислокации. Такая переориентация в общем случае происходит путем неконсервативного движения дислокаций, следовательно, скорость процесса будет определяться диффузией. Поэтому обычная прямая передача скольжения через границы затруднена, и границы являются мощными барьерами для движения дислокаций, захватывая дислокации и в дальнейшем способствуя образованию дислокационных скоплений.

Поглощение дислокаций границами зерен. Захваченные решеточные дислокации являются неравновесными дефектами в границах зерен, и при нагреве возможно их поглощение зернограницной структурой. Это является одним из проявлений релаксационных процессов в металлах при отжиге. Движущей силой поглощения является уменьшение энергии границы при этом процессе. Структурные перестройки в границе приводят границу в более равновесное состояние.

Эксперименты по отжигу различных металлов в колонне микроскопа (*in situ*) выявили явление «размытия» электронно-микроскопического контраста дислокаций в ВУ границах. Можно выделить основные закономерности этого процесса:

1. Стабильность дислокаций в границах зависит от материала. В чистых металлах захваченные дислокации тем стабильнее, чем выше $T_{пл}$.
2. Наличие примесей и легирующих элементов повышают стабильность вошедших в границы дислокаций. В сплавах они стабильнее, чем в чистых металлах.
3. Стабильность захваченных дислокаций зависит от структуры границ: в специальных границах решеточные дислокации значительно устойчивее, чем в произвольных.
4. В некоторых специальных и близких к ним границах имеет место диссоциация решеточных дислокаций на внесенные ЗГД.

5. «Размытие» изображений захваченных дислокаций часто взаимосвязана с миграцией границы, т. е. эти два процесса начинаются одновременно.
6. Стабильность вошедших в границы дислокаций в процессе высокотемпературной деформации меньше, чем при статическом отжиге при той же температуре.

Контрольные вопросы

1. Что представляет собой граница? Какие параметры ее характеризуют?
2. Каково строение и параметры малоугловой границы?
3. Каковы параметры и строение высокоугловой границы?
4. Как взаимодействуют малоугловые границы с частицами?
5. Как взаимодействуют решеточные дислокации с высокоугловыми границами?

ГЛАВА III. ПОДВИЖНОСТЬ И МИГРАЦИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН

3.1. Основные положения

Роль миграции границ зерен во время нагрева. Миграция малоугловых границ (МУГ) и высокоугловых границ (ВУГ) играет главную роль в отжиге холоднодеформированных металлов. Миграция МУГ возникает во время возврата, в ходе зарождения при рекристаллизации, и миграция ВУГ имеет место во время и после первичной рекристаллизации.

Несмотря на важность миграции ГЗ во время отжига, детали этого процесса не во всем ясны, так как миграция главным образом включает атомистические процессы, которые возникают быстро, при высоких температурах и при условиях, далеких от равновесия. Следовательно, трудно исследовать миграцию ГЗ экспериментально и теоретически. Однако ясно, что даже малое количество растворенного элемента может сильно повлиять на подвижность границ, следовательно, трудно определить *собственную подвижность* ГЗ.

Микромеханизмы миграции ГЗ. МУГ и ВУГ мигрируют путем атомистических процессов, возникающих вблизи ГЗ. Рассмотрим различные механизмы, предложенные для описания этого процесса.

Механизм МГ зависит от нескольких параметров, включая *структуру* ГЗ, которая для данного материала является функцией *разориентировки и плоскости* ГЗ. Он также зависит от условий эксперимента, в частности, от температуры, движущей силы (мощности) границ, и сильно зависит от точечных дефектов, как растворенные атомы, вакансии.

Установлено, что МУГ мигрируют путем скольжения и переползания дислокаций, из которых состоит граница, следовательно, многие аспекты миграции МУГ могут быть описаны теорией дислокаций. Основной процесс во время миграции ВУГ – *перенос атомов в зерно и от зерна*, прилегающего к границе, и модели миграции границ основываются на термоактивированных скачках атомов. Структура ГЗ связана с кристаллографией границ, и очевидно, что границы могут мигрировать путем движения внесенных зернограницных дефектов как выступы или ступеньки, или зернограницные дислокации (ЗГД). В некоторых случаях миграция ГЗ может происходить путем бездиффузионных

перемещений, которые осуществляются кооперативным движением групп атомов (сравните бездиффузионный фазовый переход). В определенных случаях также может происходить смешанное скольжение и миграция границ.

Поскольку упаковка атомов в границах менее плотная, чем в идеальном кристалле, границы зерен ассоциируются со свободным дополнительным объемом, связанным с кристаллографией ГЗ. Это вызывает сильное взаимодействие с растворенными атомами и формирование атмосфер (Снука), которые при малых скоростях перемещаются вместе с границей и тормозят ее миграцию. Интервал скоростей миграции ГЗ очень широк. Например, при росте зерен границы могут мигрировать относительно медленно через почти совершенный кристалл. Во время рекристаллизации граница мигрирует с очень большой скоростью (часто большей, чем при диффузионно-контролируемом фазовом превращении). В этом случае граница мигрирует в высокодефектном материале, оставляя за собой совершенный кристалл. Механизм, которым граница удаляет дефекты при рекристаллизации, неизвестен, но можно предполагать, что энергия и структура границ в этих двух случаях могут различаться.

Подвижность границ зерен. Граница зерна (ГЗ) мигрирует со скоростью V в соответствии с удельным давлением на границу $P = \sum P_i = \frac{F}{a}$, где F – движущая сила и a – область мигрирующей границы. В общем случае скорость прямо пропорциональна давлению и константа пропорциональности – *подвижность* (M) границ зерен, следовательно

$$V = MP. \quad (3.1)$$

Это соотношение предсказывается теорией скорости реакции, если подвижность не зависит от движущей силы и $P \ll kT$, не должна зависеть и от механизма миграции границ. Предполагается (Глейтер, 1969, Смит, 1980), что для механизмов миграции как переползание, миграция, контролируемая дислокациями, где подвижность зависит от движущей силы, в определенных условиях это соотношение может не выполняться. Если подвижность ГЗ контролируется растворенными атомами, тогда сила торможения из-за растворного торможения (P_p) может быть функцией скорости миграции.

Хотя между движущей силой ($P_{\text{дв}}$) и скоростью может быть сложная зависимость (рис. 3.1), выражение (3.1) будет подчиняться если в уравнении P заменить на $(P_{\text{дв}} - P_{\text{р}})$.

Экспериментальных измерений отношения между скоростью и движущей силой миграции, как ни странно, мало. Результаты, отвечающие соотношению (3.1), получены для меди и алюминия. Однако Рат и Ху это соотношение применили к алюминию зонной очистки как $V \propto P^n$ со значением $n > 1$.

Измерение подвижности границ зерен. Наши знания о подвижности ГЗ весьма ограничены отсутствием надежных экспериментальных данных. Измерения подвижности ГЗ были выполнены путем измерения скорости перемещения границы в соответствии с тем, что движущая сила известна. Эксперименты, в которых скорости перемещения границы определяли при рекристаллизации, трудны для интерпретации из-за того, что движущая сила, созданная за счет запасенной энергии (обычно 10–100 МПа), изменяется с микроструктурой и не остается постоянной во времени, уменьшаясь с развитием возврата. По этой причине большинство измерений подвижности ГЗ проводилось на материалах с хорошо контролируемой геометрией, как литые субструктуры или бикристаллы. Но в таких экспериментах движущая сила очень мала (около 10 МПа) и неясно, можно ли такие результаты применять к миграции границ в рекристаллизующемся материале. Кроме того, ясно, что мигрирующая граница взаимодействует с дислокациями, и эти дефекты влияют на подвижность ГЗ. Поэтому миграция ГЗ в деформируемом и недеформируемом материале может существенно отличаться.

Следует отметить, что многие измерения подвижности ГЗ выполнены в условиях, когда движущая сила постоянна, так что результаты показывают скорее скорость границы, чем подвижность (рис. 3.1). Поскольку выражение (3.1) выполняется, подвижность ГЗ будет пропорциональна скорости.

3.2. Подвижность малоугловых границ

Малоугловые симметричные границы наклона. Установлено, что МУГ наклона могут перемещаться (мигрировать) под действием напряжений, и границы мигрируют скольжением краевых дислокаций, составляющих МУ границу. Подвижность таких границ зависит от температуры и разориентировки, и влияние последней на миграцию МУГ при постоянном напряжении в цинке показано на рис. 3.1. Видно, что с увеличением разориентировки и уменьшением расстояния между дислокациями в границе, подвижность уменьшается.

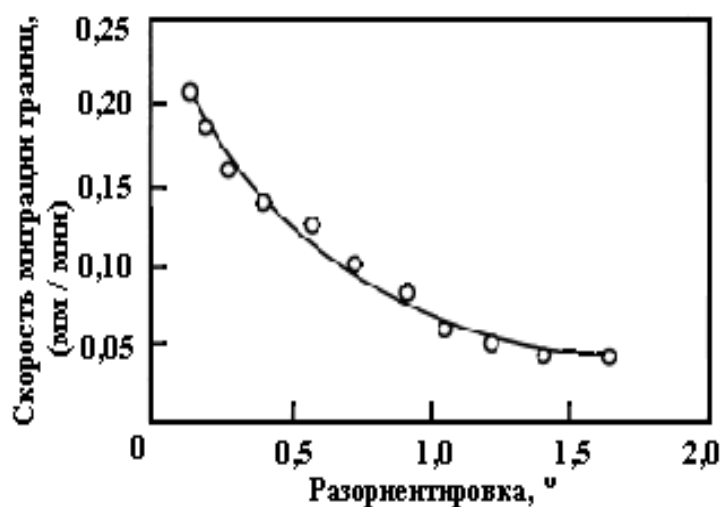


Рис. 3.1. Влияние разориентировки на подвижность симметричных МУГ наклона в цинке при 350 °С и постоянных напряжениях (Бэйнбридж, 1954)

Если граница перемещается *скольжением дислокаций* под действием приложенных напряжений, это значит, что перемещение границы дислокационным скольжением должно неминуемо привести к изменению формы. В недеформированном монокристалле это не приводит к большим изменениям, но в деформированном зерне поликристалла это может привести к появлению внутренних напряжений, которые будут препятствовать дальнейшей миграции границы. Симметричные МУГ наклона, конечно, нетипичны произвольным МУГ, которые наблюдаются в деформированном металле или после возврата. Следовательно, поведение симметричных МУГ наклона, возможно, не имеют большого отношения к процессам при отжиге поликристаллов.

Произвольные малоугловые границы

Измерения подвижности МУГ. Давно известно, что подвижность МУГ существенно меньше, чем у высокоугловых границ. Однако исследований подвижности МУГ и влияния разориентировки мало. Основная проблема в данном случае – знания о подвижности произвольных МУГ является критическим фактором в развитии понимания отжига деформированных металлов.

В первых работах на алюминии, железе, свинце показано, что мало- и среднеугловые границы имеют малую подвижность, и рекристаллизованные зерна, ориентированные на несколько градусов к матрице, растут очень медленно и остаются как островные зерна. Следует подчеркнуть, что в этих работах были проведены только качественные наблюдения.

Позже Сан, Байер (1970) и др. использовали бикристаллы, в которых энергия границы обеспечивает движущую силу миграции границы, для измерения подвижности ВУ и МУ границ в NaCl и меди. Параметр подвижности границы K' связана с подвижностью M и зернограничной энергией γ выражением

$$K' = 2 \gamma M. \quad (3.2)$$

Результаты для поваренной соли и меди показаны на рис. 3.2.

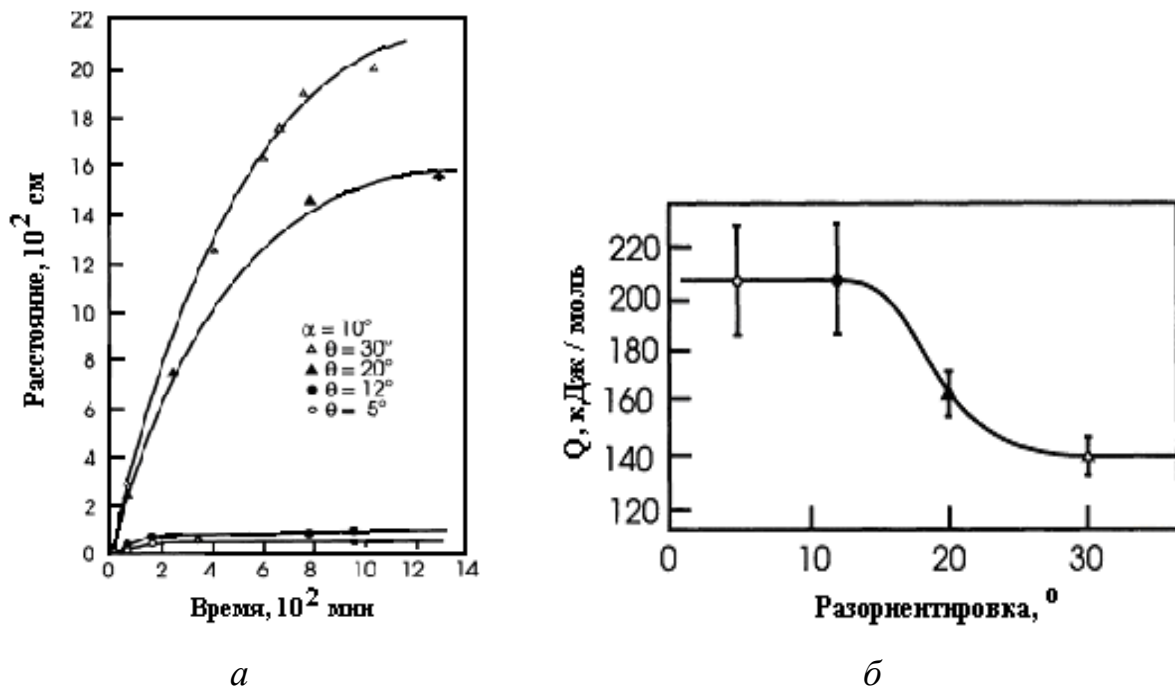


Рис. 3.2. а – перемещение искривленной границы в бикристалле NaCl при 750 °С; б – энергия активации миграции границы в меди (Сан и Байер, 1970)

Видно, что подвижность МУГ и ВУГ сильно различается: для меди подвижность МУГ ($2-5^\circ$) меньше более чем на три порядка. Энергия 20° границ наклона в меди только в 4 раза больше чем границ 2° , следовательно, разница в подвижности – в 250 раз. Также видно, что энергия активации миграции МУГ в обоих материалах намного выше, чем в ВУГ. В меди значение $\gamma \sim 200$ КДж/моль для МУГ близко к значению энергии самодиффузии (см. табл. 2.1), в поваренной соли значение $\gamma \sim 205$ КДж/моль близко к коэффициенту диффузии Na^+ в NaCl . Исследования в бикристаллах цинка и алюминия также подтвердили, что подвижность среднеугловых границ мала и увеличивается с увеличением разориентировки, как показано на рис. 3.9, который также показывает, что энергия активации МУГ выше, чем у ВУГ, хотя энергия активации миграции МУГ значительно выше, чем энергия самодиффузии.

Хотя трудно получить информацию о зависимости подвижности МУГ от разориентировки из экспериментов роста субзерен, подвижность можно определять в условиях возврата. Если размер субзерна $2R$, скорость границы $V=dR/dt$ может выражаться движущей силой P , подвижность M определяется уравнением (3.1). Если средняя разориентировка субзерен определяется одновременно с измерением его размера (например, при EBSD), то энергию субграницы γ_C можно вычислить из уравнения

$$\gamma_C = \gamma_0 \theta (A - \ln \theta), \quad (3.3)$$

где $\gamma_0 = Gb/4\pi(1-\nu)$, $A=1+\ln(b/2\pi r_0)$, r_0 – радиус ядра дислокации, обычно $b \dots 5b$. Измерения на алюминии 99,995, отожженном при 250 и 350°C показали, что энергия активации миграции МУГ около 130 КДж/моль, близка к энергии самодиффузии. Эти результаты можно применять к случаю рекристаллизации во время отжига для сравнения подвижности ВУГ и МУГ. Если скорость субграницы измеряется в момент, когда начинается рекристаллизация, движущая сила роста субзерна и рекристаллизации одинаковы, и отношение скоростей ВУГ и МУГ дает относительную подвижность. Данные для алюминия 99,995 и промышленной чистоты $M_{\text{ВУГ}}/M_{\text{МУГ}}$ равны 19 и 25 соответственно при 300°C , что существенно меньше для меди – 250 (рис. 3.3).

Следует отметить, что требуются более систематические исследования подвижности МУГ.

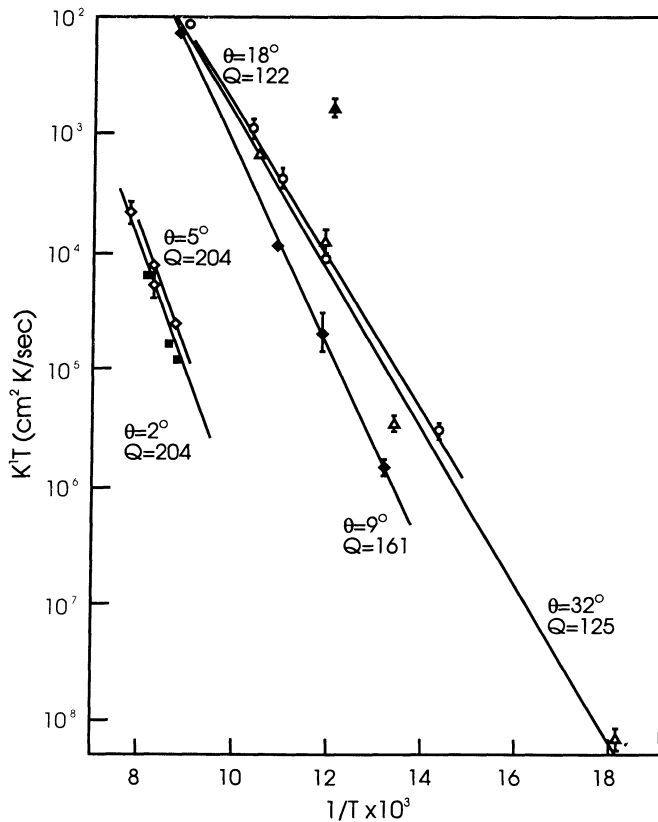


Рис. 3.3. Зависимость параметра подвижности границ K' от температуры и разориентировки для меди 99,999%

Теория подвижности МУ границ. Энергия и структура МУГ чувствительны к разориентировкам, поэтому можно ожидать, что собственная подвижность границ также зависит от этих параметров. В общем случае миграция МУГ требует переползания дислокаций в границе, которое является определяющим процессом. Сэндстром, Нис и Орсанд предположили, что подвижность МУГ может быть выражена как

$$M = \frac{CD_s b}{kT}, \quad (3.4)$$

где C – константа, D_s – коэффициент диффузии. Нис и Орсанд также предположили, что миграция границ при низких температурах может контролироваться трубочной диффузией.

Таблица 3.1

Энергия активации самодиффузии, внутренней диффузии
и диффузии по границам различных материалов

Материал	$T_{пл},$ К	$G,$ ГПа	$b,$ нм	$Q_c,$ КДж/моль	$Q_B,$ КДж/моль	$Q_T,$ КДж/ моль	γ_G Дж м ⁻²
Al	933	25,4	0,286	142	82	84	0.324 a
Au	1336	27,6	0,288	164			0.38a
Cu	1356	42,1	0,256	197	117	104	0.625a
Fe- α	1810	69,2	0,248	239	174	174	0.79a
Fe- γ	1810	81	0,258	270	159	159	0.76a
NaCl	1070	15	0,399	217 (Na ⁺)	155	155	0.5c
Pb	601	7,3	0,349	109	66	66	0.2b
Sn	505	17,2	0,302	140 b		37 b	0.16b
Zn	693	49,3	0,267	91.7	60.5	60.5	0.34a

Подвижность МУГ также должна зависеть от разориентировки θ , хотя выражение (3.4) это не учитывает. Нис предложил следующее приближение. Рассмотрим границу с радиусом кривизны R . Усилие P на границу из-за ее кривизны равно

$$P = \frac{2\gamma}{R}, \quad (3.5)$$

где γ – энергия границы (ур. (3.3)). Для малых разориентировок используем приближение $\gamma \sim c_1 Gb \theta$, где c_1 константа, которой можно пренебречь. Тогда используя (3.1), скорость границы

$$V = \frac{dR}{dt} = 2M \frac{\gamma}{R} = 2c_1 \frac{Gb\theta}{R}. \quad (3.6)$$

Случай А. Границы с очень малыми разориентировками ($\theta \rightarrow 0$)

Сначала рассмотрим движение границ, в которых дислокации расположены далеко друг от друга. При таком ограничении можно заключить, что поведение индивидуальных дислокаций превалирует. Дислокация в границе выгнута с радиусом кривизны R и движущая сила на единицу длины дислокации приблизительно будет

$$F = -\frac{Gb^2}{2R}. \quad (3.7)$$

Для переползания дислокаций в условиях незначительного избытка вакансий $Fb^2 \ll kT$ и скорость переползания дислокации V_d под действием силы F будет

$$V_d = \frac{D_c c_{\Pi} F b}{kT}, \quad (3.8)$$

где c_{Π} – концентрация препятствий. Подставив из уравнения (3.7)

$$V_d = \frac{D_c c_{\Pi} G b^2}{2RkT}. \quad (3.9)$$

Поскольку считается, что дислокации в таких границах независимы, скорость всех дислокаций в границах выражена уравнением (3.9), следовательно, $V_d = V_{ГР}$. Тогда из уравнений (3.6) и (3.9)

$$V_{ГР} = \frac{D_c c_{\Pi} F b}{kT} \times \frac{2c_1 M \Pi u \theta}{R}, \quad (3.10)$$

и отсюда

$$M = \frac{D_c c_{\Pi} b^2}{4c_1 kT \theta}. \quad (3.11)$$

Т. е. в случае этого ограничения:

- доминирующий механизм – переползание индивидуальных дислокаций;
- выражение $V = MP$ будет выполняться;
- M обратно пропорциональна θ .

Случай В. Границы перекрывают ядра дислокаций ($\theta > 15^\circ - 20^\circ$)

В этом случае справедливы рассуждения для ВУГ, рассмотренные для произвольных границ (см. далее):

- доминирующий механизм – скачки атомов через границу;
- выражение $V = MP$ будет выполняться;
- M не зависит от θ .

Случай С. Промежуточный случай

Этот случай наиболее трудный, но и наиболее важный для возврата деформированного поликристалла. Доминирующий механизм в этом случае неизвестен. Здесь *два противоречащих фактора*. Один из них – снижение подвижности с увеличением

разориентировки ввиду действия факторов, которые рассмотрены в **случае А**. Второй – малые расстояния между дислокациями, и факт, что расстояние между источниками и стоками вакансий обратно пропорционально θ , должен означать, что переползание становится быстрее с увеличением θ .

С1 (средние и высокие углы разориентировки)

Когда θ велик и расстояние между дислокациями границы h мало, движение границы осуществляется переносом атомов на дистанцию $>h$, и процесс аналогичен диффузии атомов через мембрану с толщиной h , которая может привести M обратно пропорционально h , т. е. $M \propto \theta$

С2 (малые и средние углы)

Весьма возможно, что в этом интервале подвижность границ падает с увеличением θ , достигая минимума, когда начинает доминировать фактор источника и стока вакансий. В этом интервале θ механизм контроля неизвестен.

Также неизвестно, можно ли применять теорию индивидуальных дислокаций, так как реакции в ядрах дислокаций могут стать доминирующим фактором. В отсутствии определенного механизма неизвестно, подчиняется ли подвижность границ уравнению 3.1. Предполагается, что подвижность произвольных МУГ может не зависеть от θ (рис. 3.4).

Сравнение с экспериментом

Изменения энергии активации миграции МУГ и возврата в общем случае контролируются самодиффузией. Сплошные линии на графике (рис. 3.4) показывают области, для которых экспериментальные данные изложены ниже.

Область В. Очевидно, что подвижность случайных ВУГ высокая и не зависит от θ .

Область С1. Видно, что подвижность границ в интервале $\theta = 10\text{--}20^\circ$ увеличивается и достигает насыщения при значениях θ около 20° .

Область С2. Не вполне очевидно, что скорость миграции зависит от θ при меньших углах.

Область А. Для этих значений θ нет экспериментальных данных.



Рис. 3.4. Схема возможных вариаций подвижности произвольных МУГ от разориентировки

В заключение ясно, что необходимы значительные экспериментальные и теоретические работы для ответа на вопрос о подвижности МУГ, поскольку миграция МУГ играет важную роль в зарождении рекристаллизации. Недостаток знаний в этой области является существенным препятствием для развития подробных моделей отжига.

3.3. Подвижность высокоугловых границ

Влияние температуры на подвижность ВУГ в чистых металлах. Подвижность ВУГ зависит от температуры и часто выражается уравнением типа Аррениуса

$$M = M_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right). \quad (3.12)$$

Наклон кривой $\ln M - 1/T$ или $\ln V - 1/T$ (при постоянном P) дает значение кажущейся энергии активации Q миграции границ, которая относится к термоактивируемым процессам на атомном уровне. Однако при определении значений Q следует принимать во внимание ряд факторов.

В табл. 3.2 приведены некоторые экспериментальные данные, полученные различными методами в чистых металлах. Сравнение их показывает, что энергия активации миграции границ в чистых металлах близка к значениям диффузии по границам зерен.

Энергия активации миграции ВУГ в высокочистых металлах

Материал	Q , КДж/моль	M_0 , м/с	Температурный интервал	Условия эксперимента
Al	63	2×10^4	273-350	Рекристаллизация
Al	67	4.8×10^3	615-705	Капилляр
Cu	121	7.5×10^6	405-485	Рекристаллизация
Cu	123	2.4	700-975	Капилляр
Au	80	5.8×10^{-1}	593-613	Рекристаллизация
Pb	25	1.1×10^{-2}	473-593	Деформированная структура
Sn	25	4.5×10^{-1}	425-500	Деформированная структура
Zn	63		525-625	Капилляр

3.4. Теории подвижности высокоугловых границ

Теория подвижности ГЗ в чистых металлах

Схематическая диаграмма границы представлена на рис. 3.5.

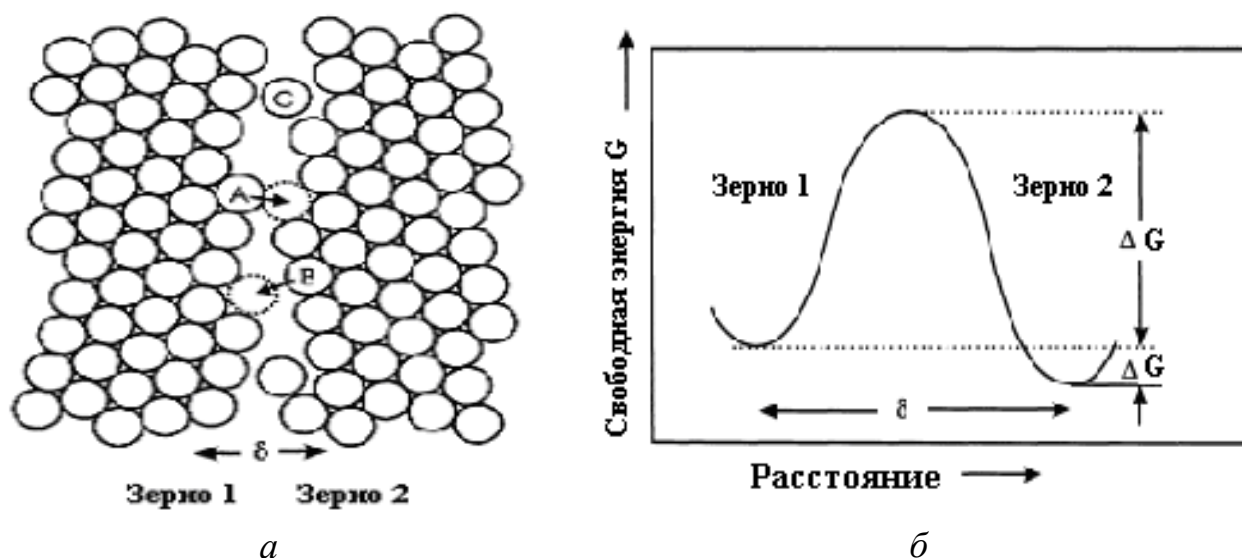


Рис. 3.5. Миграция границ зерен путем скачков атомов:
а – механизм миграции, *б* – свободная энергия атома
 во время скачка через границу

Модели миграции ГЗ в общем случае базируются на предположении, что атомы при термической активации непрерывно отрываются от зерен (A и B на рис. 3.5, a) и самопроизвольно перемещаются в более разупорядоченную область границы (атом C). Атомы затем присоединяются к одному из зерен. Если поток атомов в обоих направлениях равен, граница статична (стабильна). Однако если действует движущая сила миграции, поток в одном из направлений будет больше. Предложены несколько вариантов модели.

- *Одиночная или групповая активация.* Миграция может возникать при активации одиночных атомов или коллективным перемещением группы атомов.
- *Роль атомов в приграничной области.* Атомы отрываются от одного зерна и либо немедленно присоединяются к другому, либо остаются или мигрируют в приграничной зоне.
- *Предпочтительные места.* Если принимать во внимание кристаллографию границы, то могут быть предпочтительные места отрыва и присоединения атомов.

Термоактивированная миграция границ – ранние однопроцессные модели. Теория миграции границ, основанная на теории скоростей реакции, в которой движение границы контролируется перемещением одиночных атомов, предложена Тернбалом (1995).

Рассмотрим границу на рис. 3.5, a , которая имеет ширину δ и перемещается влево под действием разности свободной энергии ΔG . Для отрыва атома от зерна при термической активации необходима энергия ΔG^a , как показано на рис. 3.6, b . Если частота колебания атома ν_o , тогда количество колебаний за секунду при необходимой энергии будет $\nu_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a}{kT}\right)$.

Если имеется n атомов на единицу длины границы, которые могут совершать скачки, количество скачков за секунду от границы будет $n\nu_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a}{kT}\right)$. Однако не все атомы имеют благоприятные позиции для скачка, следовательно, мы включаем в структуру границы фактор зависимости A_C – доля атомов, способных к скачку.

Поскольку не все атомы присоединиться к другому зерну, введем аккомодационный фактор A_A – доля присоединившихся атомов.

Тогда эффективный поток атомов от зерна 1 к зерну 2 будет

$$A_C A_A n v_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a}{kT}\right), \quad (3.13)$$

а поток атомов от зерна 2 к зерну 1 будет

$$A_C A_A n v_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a + \Delta G}{kT}\right). \quad (3.14)$$

Удельный поток от зерна 1 к зерну 2

$$J = A_C A_A n v_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a + \Delta G}{kT}\right) \times \left[1 - \exp\frac{-\Delta G}{kT}\right]. \quad (3.15)$$

Если скорость границы V и расстояние между атомами b , тогда

$$V = J \left(\frac{b}{n}\right) = A_C A_A v_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a + \Delta G}{kT}\right) \times \left[1 - \exp\frac{-\Delta G}{kT}\right]. \quad (3.16)$$

Так как изменение свободной энергии во время рекристаллизации мало, можно предполагать, что $\Delta G \ll kT$ и

$$V = A_C A_A b v_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a}{kT}\right) \times \left[\frac{\Delta G}{kT}\right]. \quad (3.17)$$

Поскольку удельное давление $P = \Delta G$

$$V = A_C A_A b v_o \exp\left(\frac{-\Delta G^a}{kT}\right) \times \left[\frac{P}{kT}\right]. \quad (3.18)$$

Подставляя значение $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$ получаем

$$V = A_C A_A b v_o \exp\left(\frac{-\Delta H^a}{kT}\right) \times \exp\left[\frac{\Delta S}{k}\right] \times \left(\frac{P}{kT}\right). \quad (3.19)$$

Это выражение идентично по форме с выражением для подвижности границы:

$$M = \frac{A_C A_A b v_o}{kT} \times \exp\left(\frac{-\Delta H^a}{kT}\right) \times \exp\left[\frac{\Delta S}{k}\right]. \quad (3.20)$$

Модель, рассмотренная выше является весьма обобщенной и не позволяет предсказать такие параметры, как энергия активации ($-\Delta H^a$). Хотя активационные процессы часто определяются зернограничной диффузией, в этой модели атомы в основном перемещаются через границу, чем внутри нее, и эти два процесса не идентичны. Также требуется более определенная основа

для параметров A_C и A_A . Эти проблемы, а также вопрос, мигрируют ли атомы внутри области границы, были поставлены в более поздних теориях, которые учли структуру границ зерен и пытаются отнести подвижность к перемещениям зернограницных дефектов.

Теории коллективных процессов

В ранней теории коллективных процессов Мот (1948) группы (островки) атомов перемещаются от одного зерна в область границы зерен, и похожие группы присоединяются к другому зерну. Последующее развитие этой модели рассмотрели Глейтер и Чалмерс (1972). Привлекательность этих моделей в том, что группа атомов термически активирована, что требует больше энергии активации, чем в модели единичных атомов, и экспериментальные данные соответствовали этой модели. Однако, когда позже было показано, что такие большие значения Q возможны из-за примесей и нетипичны для границ зерен в чистых металлах, исследователи снова обратились к теории одиночных атомов. Как будет показано ниже, имеются основания полагать, что кооперативные перемещения атомов играют важную роль в миграции границ чистых металлов.

Модель ступенек

Первая попытка вовлечь влияние структуры границ в модель подвижности границ была сделана Глейтером (1969), предложившим подробную атомистическую модель, в которой миграция границ происходит перемещением ступенек, как это показано на рис. 3.6. Существование таких ступенек наблюдали в электронном микроскопе. Ступени мигрируют путем добавления или удаления атомов от ступенек, и атомы диффундируют на короткие расстояния внутри границы. Процесс аналогичен росту кристалла из пара, и миграция межфазной границы перемещением ступеньки является установленным механизмом перемещения границы при фазовых превращениях.

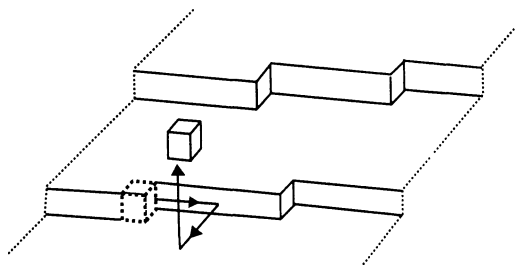


Рис. 3.6. Схема миграции границ по модели ступенек (по Глейтеру). Атом отрывается от изгиба ступеньки, мигрирует вдоль ступеньки в границу

Для удельного давления величины столкновения во время отжига Глейтер вычислил скорость миграции как

$$V = \psi b v_o \exp\left(\frac{-G^a}{kT}\right) \times \left(\frac{P}{kT}\right). \quad (3.21)$$

Это уравнение аналогично уравнению (3.18), но содержит величину ψ , которая учитывает конфигурацию ступеней в границе толщиной δ и имеет вид

$$\psi = \frac{c}{\delta} \left[1 + \frac{b}{\delta} \left(\frac{1}{f_1} - \frac{1}{f_2} \right) \right], \quad (3.22)$$

где C – константа и f_1 и f_2 – функции плотности ступенек на кристалле или стороне границы. Можно предполагать, что подвижность границы зависит от разориентировки и плоскости границы как от функции f_1 и f_2 . Например, для ГЦК кристалла при вращении вокруг оси $\langle 111 \rangle$ плотность ступенек, а значит, подвижность будет наименьшей для границ кручения типа $\{111\}$, как показано на практике.

Модель дефектов граници

Поскольку ступени и зернограничные дислокации (ЗГД) в ВУГ являются собственными дефектами, роль этих дефектов в миграции границ должна учитываться. ЗГД в общем случае имеют ступени в ядре дислокации. На рис. 3.7 показан пример ступени и ЗГД $1/10\langle 310 \rangle$ в границе близко к $\Sigma 5$ в ГЦК кристалле. Высота ступеней зависит от вектора Бюргерса дислокаций, плоскости границы и кристаллографии границы. Когда такие дислокации перемещаются, перемещается ступенька и неизбежно происходит миграция границы.

В особых случаях дислокации могут скользить в плоскости границы, и возможна *атермическая миграция* границы. Известным примером является двойникующие $1/6\langle 112 \rangle$ дислокации в ГЦК материалах. Эти дислокации перемещаются скольжением по плоскости $\{111\}$ и плоскость двойника опережает на одно $\{111\}$ межплоскостное расстояние проход каждой дислокации. В более общем случае дислокация не может скользить в границе, и необходимо смешанное скольжение/переползание зернограничных дислокаций.

Если перемещение границы совершается групповым перемещением дефектов с плотностью ρ , каждое перемещение со скоростью V имеет ступень высотой h , тогда скорость границы может быть выражена как

$$V_{ГР} = h\rho V. \quad (3.23)$$

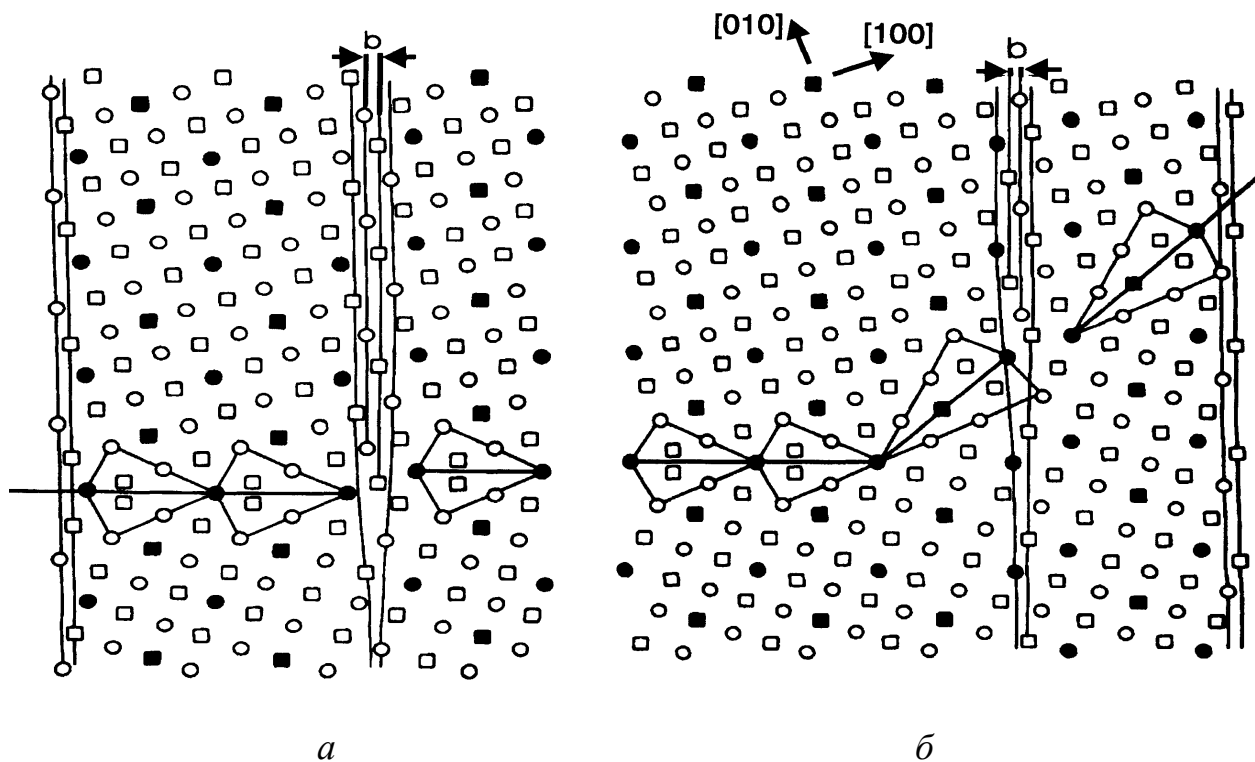
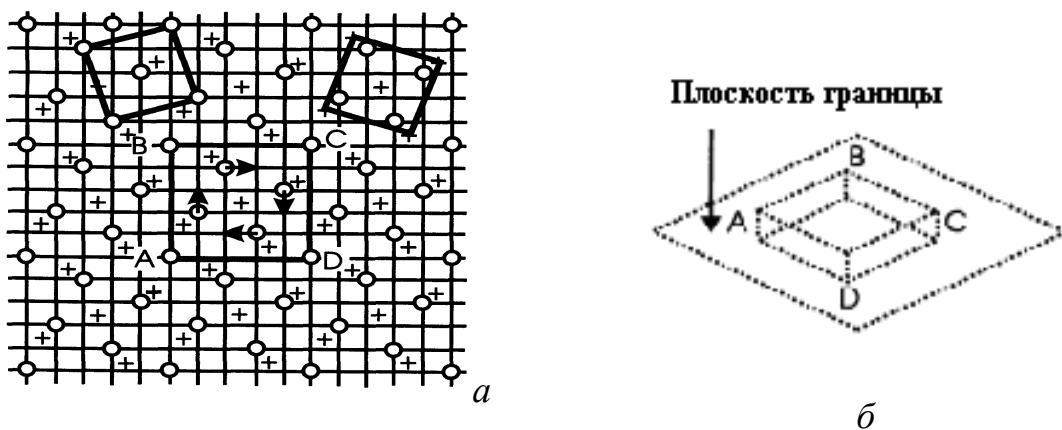


Рис. 3.7. Расположение атомов в границе наклона $\Sigma 5$ в ГЦК решетке, содержащей дислокации с вектором Бюргерса:

- а* – параллельно границе, дислокации могут перемещаться скольжением,
б – наклонно к границе, необходимы скольжение и переползание. Незакрашенные символы соответствуют упаковке ABA плоскости $\{001\}$,
 закрашенные – места совпадения

Скольжение ЗГД связано со сдвиговой деформацией и процесс перемещения ЗГД приводит к смешанной миграции и скольжения границы. Такой смешанный процесс был смоделирован Бишопом и наблюдался экспериментально в бикристалле цинка, и в границах близких к $\Sigma 5$ в бикристаллах золота, где обнаружена хорошая корреляция между движением ЗГД и миграцией и скольжением границ под действием напряжений. Однако необходимо отметить, что такое движение дислокаций приводит к изменению формы, которое может вызвать напряжения, блокирующие движущую силу миграции.

В то же время эксперименты по миграции границ при высоких температурах под действием капиллярных напряжений показали иную картину. Границы мигрировали *скачкообразно, прерывисто*, и перемещение ЗГД было обнаружено только в незначительной части мигрирующих границ, особенно в произвольных границах. Неясно, является ли скачкообразная миграция границ подлинным результатом эксперимента или артефактом, хотя похожее поведение наблюдали в ряде работ. На основе этих экспериментов и при компьютерном моделировании было сделано предположение о *локальном кооперативном перемещении атомов*. Этот механизм схематически представлен на рис. 3.8 для границ кручения типа $\Sigma 5 \langle 001 \rangle$.



о – плоскость 1–кристалла,
 + – плоскость 2–кристалла,
 образующих границу

Рис. 3.8. Механизм миграции границы кручения $\Sigma 5 \langle 001 \rangle$ перемещением группы атомов:

a – вид вдоль направления $[001]$, *b* – квадратная ступенька, образованная перемещением атомов на расстояние $a/2$. Векторы показывают перемещение атомов кристалла 1

Теории миграции границ зерен в твердых растворах.

Большинство теорий влияния растворенных элементов на подвижность границ основаны на предположении Люка и Детерта для твердых растворов замещения. Теория создана независимо Каном, Люком и Стьюве (модель КЛС) и широко применяется как дающая хорошую полуколичественную оценку влияния растворенного элемента на миграцию границ.

Модель КЛС основана на концепции, что энергия (U) атомов в области границ и внутри зерен отличаются из-за различия в локальном окружении атомов. Следовательно, между границей и растворенным (примесным) атомом действует сила $\frac{dU}{dx}$, которая может быть положительной или отрицательной в зависимости от свойств растворенного атома и растворителя. Суммарная сила действия границы на все растворенные атомы $P = \int dU/dx$, и равнодействующая сила в противоположном направлении оказывается на границу примесными атомами. Результатом этого взаимодействия является их избыток или дефицит (атмосфера) в приграничной зоне, и концентрация растворенных атомов C равна

$$C = C_0 \exp\left(\frac{-U}{kT}\right), \quad (3.24)$$

где C_0 — равновесная концентрация растворенного элемента. Для стационарной границы и примесных атомов, которые находятся в границе, зависимость энергии взаимодействия U , силы F , концентрация растворенных атомов C и коэффициента диффузии D от расстояния x от границы показано на рис. 3.9.

Степень сегрегации элемента в стационарную границу обычно зависит от его растворимости, и, как правило, тенденция к сегрегации увеличивается с увеличением растворимости. Следовательно, можно ожидать, что усилие, вызванное примесными атомами на границе и являющееся функцией их концентрации и диффузионной способности, сильно зависит от комбинации свойств растворителя и растворенных атомов.

Если мигрирующие границы имеют большой свободный объем, чем стационарные границы, можно ожидать, что растворимость в них будет больше. Косвенным доказательством этого являются результаты, полученные на сплавах Pb-Au, где выделение частиц на границах при росте зерна происходило в образцах, которые подвергались закалке и старению, тогда как в материале со стационарными границами этот эффект не наблюдался.

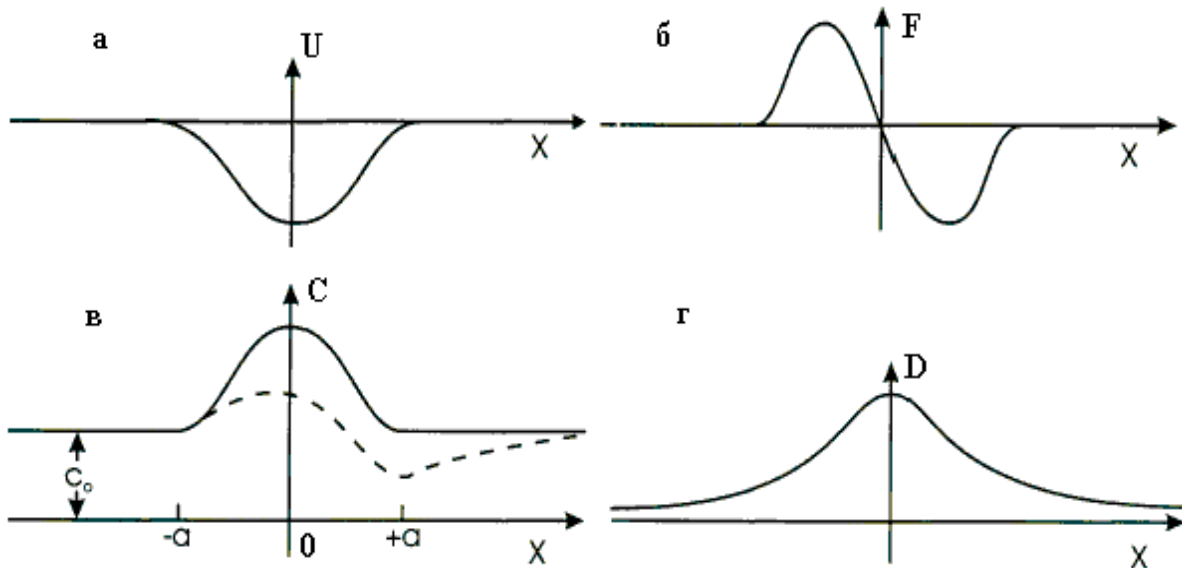


Рис. 3.9. Схематическая зависимость взаимодействия растворенного атома с границей:

a – потенциальная энергия, *б* – сила взаимодействия между атомом и границей, *в* – распределение примесных атомов в стационарной границе (сплошная линия) и миграция границы слева направо (пунктирная линия), *г* – диффузионная способность в границе

Малые скорости миграции. Для движущейся границы профиль примесного атома становится асимметричным, как показано на рис. 3.10 *в*, так что центр тяжести распределения отстает от границы и находится за ней. Для случая, показанного на рис. 3.10, *в*, граница движется слева направо, следовательно, удельное усилие, вызванное растворенным атомом, тянет границу влево. С увеличением скорости границы примесь все более отдалится от границы. Соотношение между движущей силой P и скоростью границы V при низких скоростях выражается как

$$P = \frac{V}{M} + \alpha C_0 V, \quad (3.25)$$

где M – подвижность границы при отсутствии примесных атомов, α – константа, зависящая от модели. Из уравнения (3.26) видно, что скорость миграции обратно пропорциональна концентрации примесных атомов. Кажущаяся энергия активации миграции границы главным образом состоит из диффузии примеси в границе, которая зависит как от U и D . Выбор этих параметров оказывает большое влияние на результаты. Следует подчеркнуть, что эта теория

ограничена применительно к ТР замещения (внедрения) значением концентрации $C_o < 0,1\%$. Расчеты подвижности границы показали, что максимальные значения растворного торможения намного меньше, чем предсказано уравнением (3.26), если предполагать увеличение диффузионной способности границ.

Большие скорости миграции. Связь между скоростью миграции границ и движущей силой при промежуточных скоростях очень трудно определить, так как она существенно зависит от параметров модели. Однако предельные случаи достигаются при высоких скоростях, когда примесные атомы больше не держат границу, которая затем отрывается от атмосферы примесей. В этом случае

$$P = \frac{V}{M} + \frac{C_o}{\alpha V}, \quad (3.26)$$

где α – константа. Первая часть уравнения является доминирующей, следовательно, примесные атомы имеют малое влияние. Подвижность и энергия активации миграции границ близки к соответствующим значениям для чистых металлов. Комбинация уравнений (3.25) и (3.26) дает

$$P = \frac{V}{M} + \frac{\alpha \cdot C_o \cdot V}{1 + \alpha \cdot \alpha' V^2}. \quad (3.27)$$

Прогнозы модели. Эта модель предсказывает, что сила торможения из-за примесей изменяется со скоростью, достигая максимума, как показано на рис. 3.10. Этот рисунок также показывает, что влияние примесей становится меньше при высоких температурах из-за того, что в этих условиях концентрация примесей вблизи границ уменьшается в соответствии с уравнением (3.24). Хотя по указанным причинам трудно полностью рассчитать модель КЛС, интересно рассмотреть качественную связь между движущей силой, концентрацией примесей, температурой и скоростью границы, схематически представленную на рис. 3.11.



Рис. 3.10. Связь между скоростью границ и силой торможения границы при различных температурах

На рис. 3.12, а показано влияние трех уровней концентрации примесей C_1 , C_2 , C_3 и температуры на скорость границы в сравнении с чистым металлом (C_0), в которой скорость миграции пропорциональна движущей силе. Видно, что для очень малых концентраций примесей кривая непрерывна, и мало отклоняется от поведения чистого материала. Однако для высоких концентраций примесей наблюдается S-образная кривая, которая предсказывает прерывистое изменение скорости (штриховые линии). На рис. 3.12, б скорость границы является функцией температуры для малых концентраций А, высокой концентрации В и без примесей С. Наклон кривой $\ln(v)-1/T$ является кажущейся энергией активации. Прямые линии D и E представляют граничные случаи для малых скоростей, данных в уравнении (3.26).

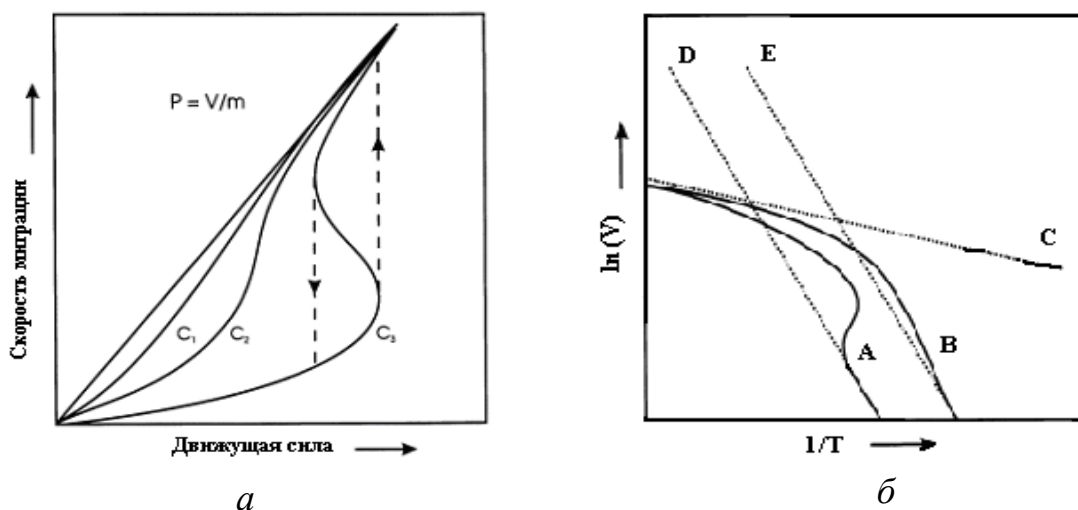


Рис. 3.11. Предсказанная скорость границы: а – как функция движущей силы для концентраций примесей $C_1 < C_2 < C_3$ и б – как функция температуры для низких (кривая А) и высоких (кривая В) концентраций примесей. Кривая С для чистого металла, D и E для низких скоростей, описанных в уравнении (3.25)

Корреляция теории и эксперимента. Хотя очень мало экспериментальных данных, и теории не могут быть полностью описаны количественно, многие экспериментальные данные можно объяснить в рамках модели КЛС.

1. При низких скоростях скорость миграции границы обратно пропорциональна концентрации примесей. Этот результат, предсказанный уравнением (2.25), согласуется с экспериментальными данными.

2. При высоких значениях движущей силы или низких концентрациях примесей имеет место переход к режиму высоких скоростей, в котором скорость границы не зависит от концентрации примесей.

3. Кажущаяся энергия активации увеличивается с ростом температуры. Этот результат, предсказанный моделью, как представлено на рис. 3.11, б, согласуется со многими экспериментальными данными. Модель предсказывает, что при низких скоростях границы их подвижность контролируется диффузией примесных атомов. Рис. 3.11, б предсказывает, что при переходе от низких скоростей к высоким кажущаяся энергия активации будет проходить пиковые значения, в некоторых случаях являясь функцией концентрации примесей.

4. Природа перехода зависит от концентрации примесей и движущей силы. Рис. 3.12, б показывает, что природа изменения скорости миграции с увеличением температуры постепенная для низких концентраций примесей и резкая для высоких концентраций примесей.

5. Влияние примесей меньше при высоких температурах. Уравнение (3.24) показывает, что при более высоких температурах примесные атмосферы оказывают существенно меньшее влияние. Теория согласуется с экспериментальными данными.

Хотя модель имеет хорошее качественное согласие с экспериментом, есть много факторов, которые следует учесть в количественном анализе миграции границ в сплавах, содержащих примеси: влияние примесей на структуру границ, энергия и диффузия и взаимодействие примесей и кристаллографии границ.

Контрольные вопросы

1. Что означает подвижность границы и какова ее движущая сила?
2. От каких внешних параметров зависит подвижность границы?
3. Как изменяется подвижность границы с увеличением концентрации примесей в границах?
4. Как взаимодействуют малоугловые границы с частицами второй фазы?
5. Как взаимодействуют высокоугловые границы с частицами второй фазы?
6. Как взаимодействуют высокоугловые границы с решеточными дислокациями?

ГЛАВА IV. ВОЗВРАТ ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИИ

Термин «возврат» относится к изменениям свойств деформированного материала, которое происходит до рекристаллизации. Эти изменения – частичное восстановление свойств к значениям, которые были до деформации. Известно, что возврат имеет место благодаря изменениям дислокационной структуры материала и поэтому рассмотрение возврата уместно сосредоточить на микроструктурных аспектах.

Возврат не ограничен пластически деформированными материалами и может возникать в любом кристалле, в котором образовались неравновесные точечные или линейные дефекты высокой плотности. Известные примеры – материалы, облученные или закаленные с высокой температуры. В этих случаях возврат идет при последующем отжиге, и это может полностью восстановить свойства и микроструктуру до исходного уровня.

В этой главе будут рассмотрены процессы возврата, который возникает только при отжиге материала после предварительной деформации.

Дислокационный возврат – не единственный микроструктурный процесс, и ряд микромеханизмов схематически показан на рис. 4.1 и описан в дальнейшем. Действует ли в ходе отжига какой-либо из них или все, зависит от ряда параметров как тип материала, его чистота, степень и температура деформации, температура отжига. Во многих случаях эти стадии возникают в ходе деформации, как *динамический возврат*. Хотя стадии возврата на рис. 4.1 показаны в определенной последовательности, они могут существенно перекрываться.



Рис. 4.1. Стадии возврата в деформированном материале

Прежде чем рассмотреть детали возврата, необходимо отметить, что *возврат и рекристаллизация являются конкурирующими процессами*, так как движущей силой обоих процессов является *запасенная энергия деформации*. Если прошла рекристаллизация и деформированная структура исчерпана, возврат развиваться не будет. Следовательно, продолжительность возврата будет зависеть от легкости, с которой рекристаллизация наступает. Напротив, так как возврат снижает движущую силу рекристаллизации, в свою очередь он влияет на характер и кинетику рекристаллизации. Границу между возвратом и рекристаллизацией часто трудно определить.

4.1. Изменение свойств при возврате

Во время возврата микроструктурные изменения слабые и происходят в малом объеме. Оптическая микроскопия не выявляет большинство изменений, и по этой причине возврат выявляется косвенными методами, например, определением изменений физических или механических свойств.

Изменения запасенной энергии калориметрией – наиболее прямой метод определения возврата, так как запасенная энергия непосредственно отражает количество и конфигурацию дислокаций в материале. Однако из-за малого уровня запасенной энергии в деформированном материале, такие методики применимы лишь к материалам, в которых отсутствуют фазовые превращения в исследуемом температурном интервале. Например, в Al уровень запасенной энергии порядка ~ 20 Дж/моль, и снижение теплоемкости при выделении 0,01 объемной доли частиц CuAl_2 тоже ~ 20 Дж/моль. На рис. 4.2, а показана кривая нагрева высокочистого алюминия, деформированного при -196° . Пик при температуре -70°C относится к возврату точечных дефектов, при -20°C – к рекристаллизации. Отдельный пик, относящийся к возврату дислокаций, не обнаружен. Алюминий (99,999%) рекристаллизуется при настолько низкой температуре, что не наступает возврат дислокаций, предшествующий рекристаллизации. На рис. 4.2, б приведена кривая нагрева алюминия (99,998%), деформированного при комнатной температуре. В этом случае отмечены две стадии: широкий пик при $100\text{--}250^\circ\text{C}$, относящийся к возврату, и пик около 300°C , относящийся к рекристаллизации. Микроструктурные изменения в ходе возврата влияют на механические свойства, поэтому часто для оценки степени

возврата применяют изменения предела текучести или твердости материала, хотя эти изменения обычно малы (рис. 4.2, б).

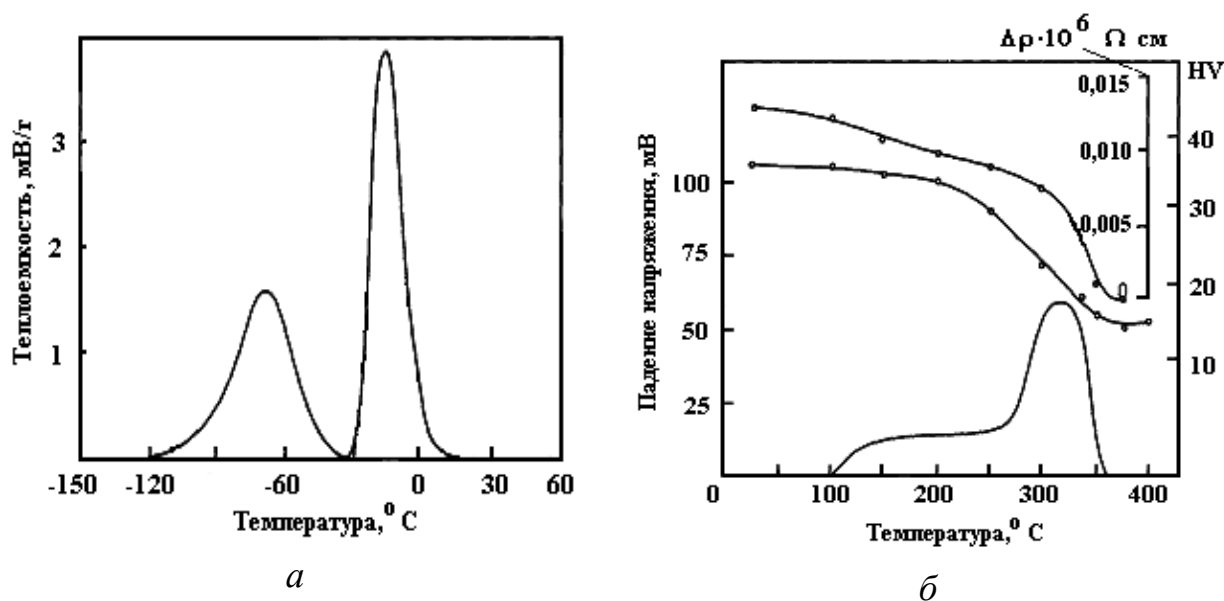


Рис. 4.2. Возврат в алюминии:

- а* – деформированного при -196° , $e = 6,91$ (метод калориметрии);
- б* – деформированного при 20°C осадкой до 75% (методы калориметрии, измерения электросопротивления и твердости)

4.2. Влияние степени деформации на возврат

Для поликристаллических материалов полный возврат может протекать, только если материал слабдеформирован. Однако в монокристаллах ГП металлов, как цинк, деформированных до больших степеней по единственной системе скольжения, возврат может протекать полностью, восстанавливая исходные микроструктуру и свойства. В монокристаллах кубических металлов, если они ориентированы для единичного скольжения, деформированных на I стадии, тоже может протекать почти полный возврат. При деформации до II и III стадии нагрев может вызвать рекристаллизацию.

Степень восстановления свойств при постоянной температуре обычно зависит от степени предшествующей деформации. Однако в сильнодеформированных металлах ранняя рекристаллизация может нарушить это соответствие.

4.3. Влияние температуры отжига на возврат

Эксперименты показывают, что более полный возврат происходит при более высоких температурах отжига.

4.4. Природа материала

Природа материала также определяет степень возврата. Одним из важнейших параметров является величина ЭДУ ($\gamma_{ДУ}$), которая, определяя ширину расщепления дислокаций, определяет скорость переползания дислокаций и поперечного скольжения. Есть механизмы, контролирующие скорость возврата. В металлах с низкой ЭДУ, как медь, латуни, аустенитные стали (табл. 1.4), переползание затруднено, и возврат дислокационной структуры начинается только перед рекристаллизацией. В материалах же с высокой ЭДУ (Al, Fe) высокая скорость переползания приводит к развитию возврата. Примесные атомы могут изменять скорость возврата, влияя на ЭДУ или на концентрацию и подвижность вакансий и дислокаций. Например, магний закрепляет дислокации в алюминии и тормозит динамический возврат. Из-за высокой результирующей запасенной энергии в AlMg сплавах скорость возврата высокая, и может быть даже выше, чем в чистом алюминии. Так же малые добавки марганца закрепляют дислокации в железе и, препятствуя ДВ и поддерживая высокую плотность дислокаций, обеспечивают формирование субзерен при последующем отжиге.

4.5. Кинетика возврата

Экспериментально возврат определяется измерением какого-либо одного параметра, как твердость, предел текучести, электросопротивление. Если изменение параметра при отжиге X_R , то кинетика возврата $\frac{dX_R}{dt}$ может определяться из эксперимента.

Однако связь параметра X_R и микроструктуры очень сложная, к тому же возврат может реализоваться несколькими конкурентными механизмами, каждый со своей кинетикой.

Два наиболее общих соотношений между X_R и t назовем **тип 1** и **тип 2**. Кинетика **1** типа:

$$\frac{dX_R}{dt} = -\frac{C_1}{t} \quad (4.1)$$

преобразуется в

$$X_R = C_2 - C_1 \ln t, \quad (4.2)$$

где C_1 и C_2 – константы. Ясно, что это соотношение не описывает ранние стадии возврата ($t \rightarrow 0$) когда $X_R \rightarrow X_0$ или конец возврата ($t \rightarrow \infty$), $X_R \rightarrow 0$.

Кинетика по **2 типу** описывается уравнением:

$$\frac{dX_R}{dt} = -C_1 X_R^m, \quad (4.3)$$

которое преобразуется как

$$X_R^{-(m-1)} - X_0^{-(m-1)} = (m-1) C_1 t \quad (4.4)$$

для $m > 1$, и

$$\ln(X_R) - \ln(X_0) = C_1 t \quad (4.5)$$

для $m = 1$.

4.6. Возврат в монокристаллах, деформированных при одиночном скольжении

Экспериментально кинетика возврата впервые оценивалась Друардом в 1953г. на монокристаллах цинка, деформированных при 50 °С простым сдвигом по базисной плоскости.

Степень возврата R определяется уровнем пределов текучести кристалла до и после возврата (σ и σ_m). Предел текучести недеформированного кристалла σ_0 . Тогда

$$R = \frac{\sigma_m - \sigma}{\sigma_m - \sigma_0}. \quad (4.6)$$

Отношение между степенью возврата, временем и температурой определяется как

$$R = C_1 \ln t - \frac{Q}{kt}. \quad (4.7)$$

Это кинетика 1 типа, и энергия активации $Q = 83,7$ КДж/моль близка энергии активации самодиффузии для цинка (см. табл. 3.1). Последующие эксперименты Коттрелла (цинк), Кульманна и др. (алюминий) также подтверждают, что отношение между X_R и временем имеет **1 тип**.

Необычный тип возврата наблюдали в деформированном монокристалле дисперсноупрочненной меди (Хирш и Хамфри, 1969). Если кристалл деформирован при комнатной температуре до $\epsilon \sim 0,15$ или менее, сильный возврат при комнатной температуре имеет место, как это показано на рис. 4.3. Энергия активации процесса около 90 КДж/моль, меньше, чем энергия активации самодиффузии в меди.

Этот эффект связан с возвратом неравновесной энергии *петель Орована*, формирующихся на частицах в ходе деформации путем переползания дислокаций, контролируемой *трубочной диффузией*.

4.7. Кинетика возврата в поликристаллах

Кинетика возврата, наблюдаемая, например, в железе (рис. 4.3), характерна для металлов, в которых скорость возврата высокая и монотонно растет.

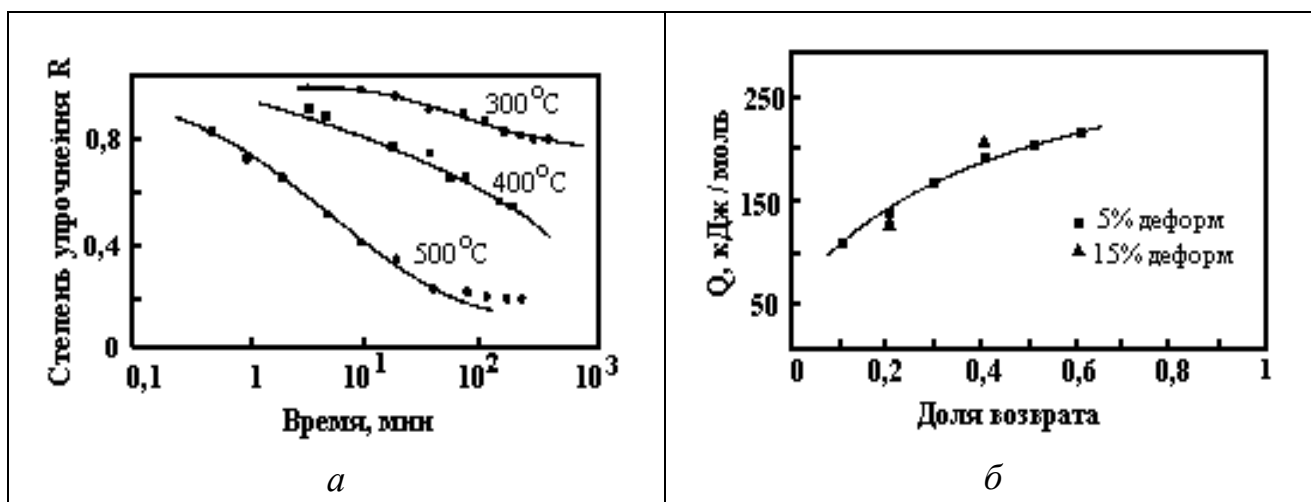


Рис. 4.3. Возврат в деформированном при 0 °С железе:
 а – возврат твердости, как функция времени,
 б – изменение энергии активации во время возврата

Кинетика **1 типа** часто используется для описания возврата в поликристаллах. Однако из рис. 4.3, а видно, что прямые линии на графике, описываемые уравнением (4.2), наблюдаются только для небольшого интервала возврата. Энергия активации возврата увеличивается с увеличением степени возврата (рис. 4.3, б), и к моменту завершения возврата достигает уровня энергии самодиффузии материала, как было установлено для ряда материалов. Объяснение рассмотренных типов кинетики возможно при рассмотрении структурных изменений возврата на трех уровнях: *аннигиляция дислокаций, перераспределение дислокаций и рост субзерен* и их возможных механизмов.

4.8. Миграция и аннигиляция дислокаций

В ходе возврата запасенная в материале энергия уменьшается путем перемещения дислокаций путем скольжения, переползания и поперечного скольжения, в процессе которого происходит их аннигиляция и перераспределение в конфигурации с более низкой энергией (НЭДС). Аннигиляция краевых дислокаций противоположных знаков в одной плоскости скольжения может происходить даже при низких температурах, снижая плотность дислокаций в ходе деформации, вызывая *динамический возврат*. Дислокации противоположных знаков на разных плоскостях скольжения аннигилируют комбинацией скольжения и переползания. Поскольку для переползания требуется термическая активация, оно может происходить при повышенных температурах. Такая же комбинация винтовых дислокаций аннигилирует путем поперечного скольжения, которое может возникать при низких температурах в материалах с высокой ЭДУ, и при высоких температурах в материалах с низкой ЭДУ.

Кинетика аннигиляции диполей. Две параллельные дислокации противоположного знака являются дислокационной диполью. Ли предположил, что аннигиляция дислокационных диполей может носить краевой, винтовой и смешанный характер. Сила притяжения между двумя параллельными винтовыми дислокациями F на расстоянии x равна

$$F = -\frac{Gb^2}{2R}. \quad (4.8)$$

Если скорость переползания дислокаций пропорциональна F (см. уравнение (3.8)) разделение диполя будет идти со скоростью

$$\frac{dx}{dt} = -C_1 F. \quad (4.9)$$

Комбинируя (4.8) и (4.9), получим

$$\frac{dx}{dt} = -\frac{C_2}{x}. \quad (4.10)$$

Экспериментальные измерения на LiF показали, что кинетика аннигиляции дислокаций (рис. 4.4) согласуется с этим соотношением. Оно также справедливо для краевых и смешанных дислокаций.

Для применения этой теории для оценки возврата в материале, содержащем диполи, необходимо предположить, что диполи не взаимодействуют между собой, и знать исходное распределение высоты диполей. Основываясь на механизме формирования диполей, Ли представил размер диполя как

$$\frac{d\rho}{dt} = -C_1\rho^2 \quad (4.11)$$

или

$$\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_0} = C_1 t, \quad (4.12)$$

где ρ_0 – начальная плотность дислокаций. Эти кинетики аналогичны представленным в уравнениях (4.3) и (4.4) с показателем $m = 2$.

Скорость изменения дислокационной плотности по кинетике 2 типа наблюдали Ли в кристалле LiF ($m = 2$), Принц и др. в меди и никеле ($m = 3$).

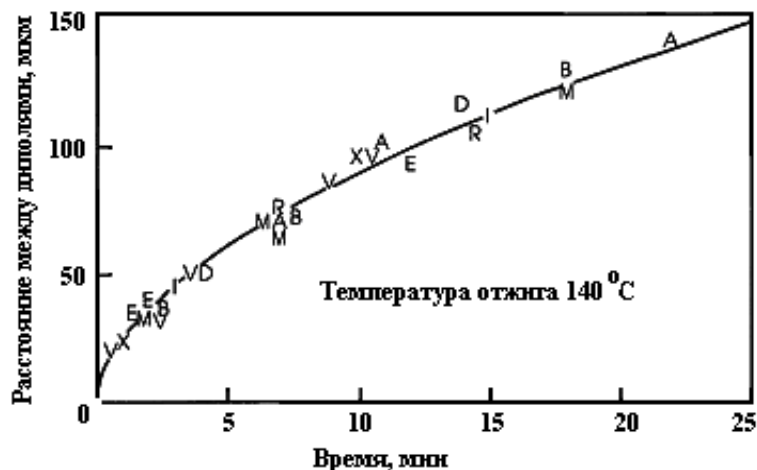


Рис. 4.4. Живучесть винтовых диполей в кристалле LiF

Отжиг вызывает формирование и аннигиляцию дислокационных диполей, дислокации начинают перестраиваться в низкоэнергетические границы наклона, и, поскольку они довольно стабильные структуры, скорость аннигиляции дислокаций становится существенно меньше. Следовательно, *два механизма* возврата действуют одновременно: *аннигиляция дислокаций и их перераспределение в стабильные конфигурации*. Это хорошо показывает трудности в анализе возврата с точки зрения действия одного дислокационного механизма.

Кинетика возврата более сложных дислокационных структур

В предыдущем разделе рассмотрен возврат простых дислокационных скоплений, содержащих в основном параллельные дислокации с подобными векторами Бюргерса. В деформированном поликристалле и в монокристаллах, деформированных по двум и более системам скольжения, дислокационные структуры более сложные. Неочевидно, какой механизм контролирует миграцию дислокаций в ходе возврата в различных обстоятельствах в дополнение к переползанию: трубочная диффузия или термически активированное скольжение или поперечное скольжение могут быть контролируемыми скоростью. Фридель предположил, что дислокационная структура имеет вид трехмерной сетки (сетка Франка) с размером ячейки R . Из геометрии сетки ожидается, что скорость дислокаций V относится к масштабу сетки m как $dR/dt \sim V$ и рассмотрение энергии системы показывает, что движущая сила укрупнения сетки миграцией дислокаций будет

$$F = \frac{Gb^2}{R}. \quad (4.13)$$

Контроль переползанием дислокаций. В условиях, когда движущая сила мала и незначительный избыток вакансий, скорость дислокаций, с учетом уравнения (4.13)

$$V = \frac{dR}{dt} = \frac{D_s G b^2 C_2}{kT} \times \frac{1}{R}. \quad (4.14)$$

Отсюда

$$R^2 = R_0^2 + C_1 t, \quad (4.15)$$

где $C_1 = \frac{2D_s G b^3 c}{kT}$

Плотность дислокаций ρ связана с пространством сетки как $\rho \sim R^{-2}$, и уравнение (4.15) запишем как

$$\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_0} = t C_1, \quad (4.16)$$

которое соответствует **кинетике 2 типа** со значением $m = 2$.

Связь между плотностью дислокаций ρ и напряжениями течения

$$\sigma \text{ может выражаться как } \frac{1}{\sigma_0^2} - \frac{1}{\sigma^2} = tC_3$$

При высоких температурах переползание будет контролироваться формированием (Q_{VF}) и миграцией (Q_{VM}) вакансий и самодиффузией (Q_S). Однако при более низких температурах формирование порогов (препятствий?) (Q_J) может также стать контролирующим процессом. Следовательно, энергия активации переползания будет

$$Q_{CL} = Q_{VF} + Q_{VM} = Q_S \text{ (при высоких температурах);} \quad (4.17)$$

$$Q_{CL} = Q_{VF} + Q_{VM} + Q_J \text{ (при низких температурах).} \quad (4.18)$$

Однако имеются обстоятельства, при которых переползание может контролироваться диффузией вдоль линий дислокаций (трубочная диффузия) больше, чем решеточной. При этом энергия активации Q_C будет существенно меньше, чем Q_S и обычно $Q_C/Q_S \sim 0,5$ (см. табл. 3.1). Принц и др. предположили, что для растянутых дислокаций переползание в ходе возврата контролируется трубочной диффузией.

Контроль термически активированным скольжением дислокаций

Ряд авторов (Кульман, Коттрелл, Фридель) рассматривали возможность контроля возврата термически активированным скольжением дислокаций или поперечным скольжением. Ими предложена зависимость, в которой энергия активации увеличивается с увеличением внутренних напряжений (σ) и скорость возврата равна

$$\frac{d\sigma}{dt} = -C_1 \exp\left(\frac{Q(\sigma)}{kT}\right). \quad (4.19)$$

Предполагается, что зависимость энергии активации от напряжения может иметь вид

$$Q(\sigma) = Q_0 - C_2 \sigma, \quad (4.20)$$

и, следовательно,

$$\frac{d\sigma}{dt} = -C_1 \exp\left[\frac{(Q_0 - C_2\sigma)}{kT}\right]. \quad (4.21)$$

Интегрирование уравнения дает

$$\sigma = \sigma_0 - \frac{kT}{c_2} \ln \left(1 + \frac{t}{t_0} \right), \quad (4.22)$$

где σ_0 – напряжение течения при $t=0$, а t_0 равен

$$\frac{kT}{C_1 C_2} \exp \left(\frac{Q - C_2 \sigma}{kT} \right). \quad (4.23)$$

Это выражение соответствует **кинетики 1 типа** (см. ур. (4.2)).

Следовательно, если возврат контролируется термически активированным скольжением, можно ожидать, что энергия активации уменьшается с увеличением плотности дислокаций (или упрочнения) и уменьшается при отжиге. Это подтверждают экспериментальные результаты Кульмана, Коттрелла, и др. Как показано для случая возврата сплавов Al-Mg (рис. 4.5), экспериментальные результаты соответствуют этой модели. Q_0 не зависит от степени деформации, но зависит от содержания магния в сплаве и находится в пределах 277 КДж/моль для Al-1% Mg до 231 КДж/моль для Al-5% Mg. Во всех случаях значения Q_0 больше, чем энергия самодиффузии для алюминия (~142 КДж/моль). Хирт и Лот рассматривали скорость дислокаций в различных условиях, и установили, что связь между скоростью дислокаций и движущей силой зависит не только от вида диффузии, но и от способа, каким перемещаются препятствия и влияния растворенных элементов (примесей).

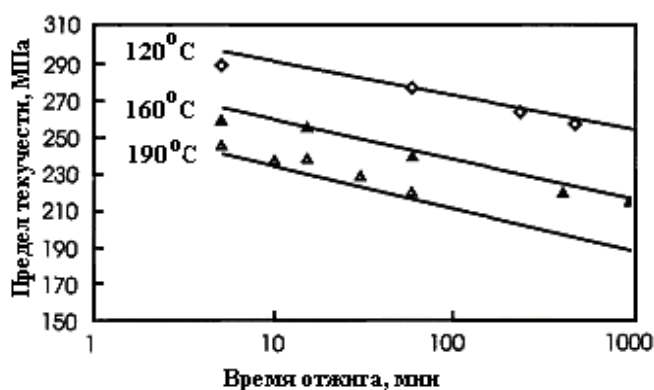


Рис. 4.5. Возврат в сплаве Al-3%Mg ($e = 3$)

ЭДУ также является важным параметром при определении скорости переползания или поперечного скольжения. Переползание

расщепленных дислокаций в ГЦК металлах контролируется атмосферами вакансий у растянутых препятствий, и при этих условиях скорость переползания будет

$$v = \frac{C'D_x}{kT} F\gamma^2_{\text{ЭДУ}}, \quad (4.24)$$

где D_x может быть коэффициентом диффузии трубочной или объемной диффузии.

В заключение отметим, что существует несколько возможных кинетических уравнений для описания равномерного возврата дислокаций, некоторые из них предсказывают кинетики, которые подтверждаются экспериментально.

- 1. Соотношения между механическими свойствами и микроструктурой на практике более сложные, чем используемые модели возврата.** Хотя возврат часто определяется изменением механических свойств, надежная интерпретация этих данных с точки зрения плотности дислокаций и их распределения в большинстве случаев невозможно.
- 2. Механизмы аннигиляции и перераспределения дислокаций могут быть последовательными, но могут и конкурировать.** По этой причине модель возврата, основанная главным образом на аннигиляции дислокаций или увеличении сетки дислокаций Франка, может быть не подходящей и влияние механизмов возврата, которые будут рассмотрены далее, также должны быть включены в общую модель возврата.
- 3. Влияние примесей (растворенных атомов) и ЭДУ на подвижность дислокаций требует более точной формулировки.**
- 4. Неоднородность возврата в микроструктуре также нельзя игнорировать.**

Как видно из рассмотрения деформированного состояния и первичной рекристаллизации, *неоднородность деформированной структуры ведет к неоднородности отжига*. Следовательно, изменения скорости возврата, полученные по измерениям объемных свойств при отжиге, будут различными в различных частях микроструктуры. Этот фактор, который предложен Кульманом для объяснения энергии активации в ходе возврата, должен включаться в любую комплексную модель возврата.

4.9. Перераспределение дислокаций в стабильные конфигурации

Полигонизация

Если во время деформации образуется равное количество дислокаций противоположных знаков, они могут исчезать путем аннигиляции (рис. 4.6). При отжиге избыточные дислокации перераспределяются в низкоэнергетические конфигурации в виде периодических скоплений, или малоугловые границы зерен (МУГ). Простейший случай представлен на рис. 4.6. Такая структура может получиться изгибом монокристалла, деформирующегося по единичной системе скольжения, и этот механизм известен как *полигонизация*.

Стенки дислокаций на рис. 4.6, *в* известны как *границы наклона* и являются частным случаем МУГ. С увеличением разориентировки энергия границ наклона увеличивается, а энергия каждой дислокации уменьшается. Следовательно, *по мере развития возврата движущая сила формирует границы меньшего количества, но разориентированные на большие углы*.

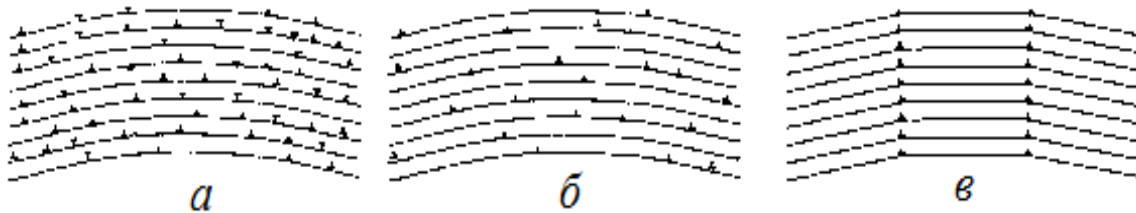


Рис. 4.6. Полигонизация искривленного кристалла, содержащего краевые дислокации:

а – деформированный кристалл, *б* – после аннигиляции дислокаций, *в* – формирование границ наклона

Формирование субзерен

В поликристалле, деформированном до больших степеней, дислокационные структуры, сформированные при деформации и последующем отжиге, более сложные. Реакция дислокаций различных систем приводит к формированию двумерных сеток, вид которых зависит от типа дислокаций, участвующих в скольжении.

В материалах с средней и высокой ЭДУ дислокации после деформации перераспределяются в *трехмерную ячеистую структуру*, границы ячеек представляют сложные дислокационные клубки, а размер ячеек зависит от материала и степени деформации.

В деформированном алюминии, например, наблюдаются равноосные ячейки размером ~ 1 мкм (рис. 4.7, *а*). Отжиг в колонне

микроскопа вызывает возврат, в результате границы имеют более упорядоченное строение в виде сетки или МУГ (см. границы *A* и *B* на рис. 4.7, *a*, *б*), а количество дислокаций внутри ячеек уменьшается. *Ячейки становятся субзернами*, и на этой стадии внешне структура мало изменяется.

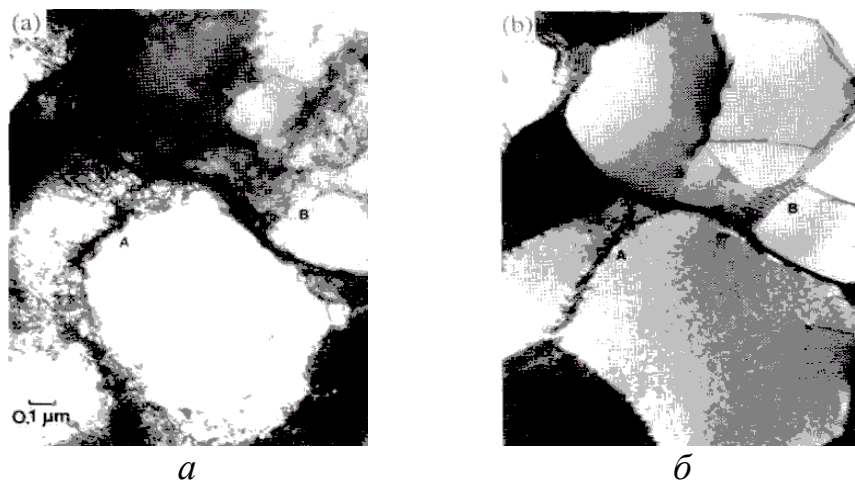


Рис. 4.7. Тонкая структура алюминия:

a – деформированного на 10%,

б – отожженного в колонне микроскопа при 250 °С в течение 2 минут

Переход от клубков дислокаций к формированию субзерен является отличительной чертой возврата. Он включает аннигиляцию части избыточных дислокаций и перераспределение их в малоугловые границы и приводит к снижению предела текучести, но, как показали некоторые исследователи, к росту деформационного упрочнения (субструктурное упрочнение).

В ряде случаев в ходе деформации возникает *динамический возврат (ДВ)*, когда формируется развитая субзеренная структура, и последеформационный возврат состоит только в укрупнении субзерен. Факторы, определяющие ДВ в ходе деформации – высокая ЭДУ, малая степень легирования, большие деформации и высокая температура.

Развитая субструктура обычно не наблюдается в материалах с низкой ЭДУ, так как рекристаллизация начинается до того, как начнется заметный возврат. Однако если рекристаллизация задерживается, например, наличием дисперсных частиц второй фазы, или высокой температурой, будет развиваться возврат с формированием развитой субструктуры. Если деформация достаточно однородна, не образуются неоднородности дислокаций, требующихся для формирования зародыша рекристаллизации, длительный возврат может наблюдаться даже в материалах с низкой ЭДУ, как, например, медь.

Укрупнение субзерен

Запасенная энергия может оставаться довольно большой даже после формирования субструктуры при возврате. Последующее ее снижение обеспечивается укрупнением субзерен, что приводит к уменьшению доли субграниц в материале.

Движущая сила роста субзерен – это энергия, накопленная в субструктуре. Если принять средний размер субзерен R , энергия субграницы γ_s , удельная объемная энергия E_D , являющаяся фактором, зависящим от формы, равна 1,5. Движущая сила роста субзерен F

$$F = -\frac{dE_D}{dR} = -\alpha \frac{d}{dR} \times \frac{\gamma_s}{R}. \quad (4.25)$$

Если принять, что запасенная энергия равномерна, и сила распределена равномерно,

$$P - \frac{F}{A} = -\alpha R \frac{d}{dR} \left(\frac{\gamma_s}{R} \right). \quad (4.26)$$

Если γ_s постоянна,

$$P = \frac{\alpha \gamma_s}{R}. \quad (4.27)$$

Однако γ_s является функцией разориентировки и может не оставаться постоянной в ходе роста субзерна.

Кинетика роста субзерен

Экспериментально показано, что кинетика изменения размера субзерна D во времени t при постоянной температуре имеет вид

$$D^n - D_0^n = C_1 t. \quad (4.28)$$

где n – константа, C_1 – константа, зависящая от температуры и D_0 – размер субзерна при $t = 0$. Во многих экспериментах $n \sim 2$ (рис. 4.8). В ряде работ для чистого алюминия показано, что $n \sim 4$.

В алюминии высокой чистоты (>99 995%) также было показано, что кинетика роста субзерен описывается кинетическим уравнением вида

$$\log D = C_2 t. \quad (4.29)$$

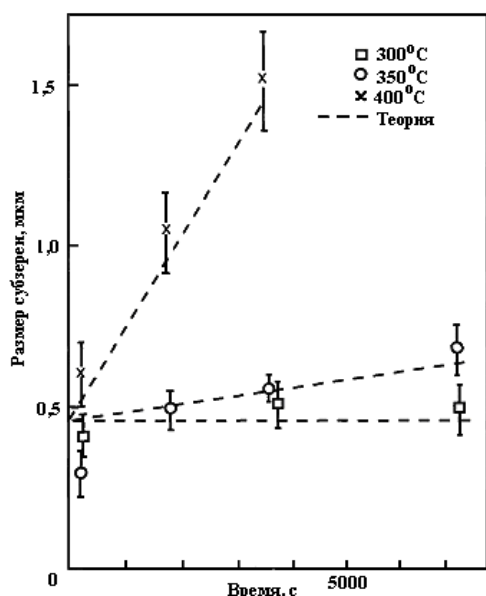


Рис. 4.8. Рост субзерен в сплаве Al-1%Mn согласно уравнению (3.27)

Корреляция между ростом субзерен и разориентировкой

Из уравнения (4.26) видно, что движущая сила роста субзерен пропорциональна энергии малоугловой границы. Следовательно, скорость роста субзерна является функцией разориентировки (θ). Этот параметр трудно определить непосредственно в экспериментах по росту субзерна, но можно предсказать, что он является функцией степени деформации и ориентировки зерна.

На рис. 4.9 показано изменение размера субзерна и разориентировки в процессе отжига 99 998% Al при 300 °C. Оба параметра слабо изменяются со временем.

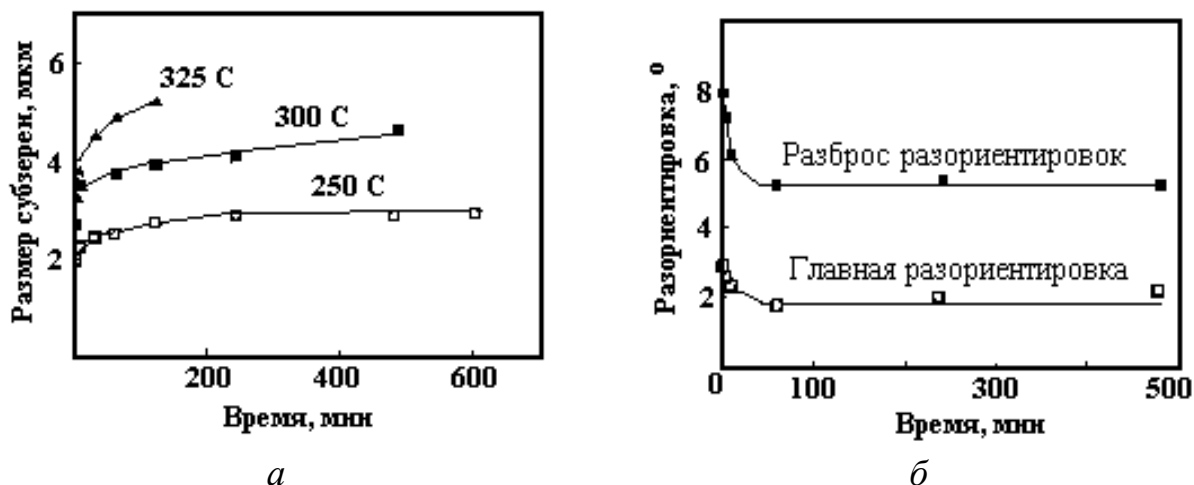


Рис. 4.9. Рост субзерен внутри зерна 99 995% Al, деформированного на 20% прокаткой:
 а – кинетика роста субзерен при разных температурах,
 б – изменение разориентировок при 300 °C

Связь между размером субзерен и механическими свойствами
Рассмотрим три случая.

1. **Предположим, что поведение субзерна подобно поведению зерна** и предел текучести подчиняется соотношению Холла-Петча

$$\sigma = \sigma_0 + C_1 D^{-1/2}. \quad (4.30)$$

2. **Предполагается, что напряжение течения определяется действием источников дислокаций**, длина которых близко размеру субзерна, в этом случае

$$\sigma = \sigma_0 + C_2 D^{-1}. \quad (4.31)$$

Уравнения (4.30) и (4.31) можно написать в форме

$$\sigma = \sigma_0 + C_1 D^{-m}. \quad (4.32)$$

3. **Предполагается, что дислокации, составляющие субграницу, можно усреднять микроструктурой.** В этом случае область удельный объем субзерна $A \sim 3/D$. Для малых разориентировок $\theta = b/h$, и длина дислокации на единицу объема границы $L = 1/h$. Отсюда

$$\rho = AL = \frac{3}{Dh} = \frac{3b\theta}{D}. \quad (4.33)$$

Суммируя отношение между напряжением течения и плотностью дислокаций, получим

$$\sigma = \sigma_0 + C_4 \left(\frac{\theta}{D} \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (4.34)$$

которое имеет такой же вид, как уравнение (4.32) со значениями $m=0,5$ и $C_3 = C_4 = \theta^{1/2}$.

Рост субзерен миграцией границы

В укрупнении субзерен участвуют два различных механизма: *миграция субграниц и поворот и коалесценция субзерен.*

В деформированном поликристалле, в котором прошел возврат, субзеренная структура может быть топологически похожей на зеренную структуру рекристаллизованного материала, и укрупнение субзерен путем миграции МУГ иногда рассматривается как процесс, подобный росту зерен после рекристаллизации.

Локальная движущая сила миграции МУГ является следствием энергии и разориентировки субграниц. В случае двумерной границы, схематически представленной на рис. 4.10, *a*, на тройной стык *A* действуют силы F_1 , F_2 и F_3 от трех границ. Если собственная энергия

границ равна, тройной стык находится в равновесии, угол равен 120° . Следовательно, границы под действием этих сил будут искривляться (точечные линии) и будут стремиться мигрировать в направлениях, указанных стрелками, чтобы минимизировать свою длину. Следовательно, тройной стык будет мигрировать и займет стабильное положение в точке A' , в котором границы прямые (штриховые линии) и угол между ними становится 120° .

Рассмотрение топологии роста ансамбля зерен показывает, что большие субзерна растут путем поглощения малых. Субзеренная структура аккомодирует к движущей силе, возникающей из энергии МУГ путем миграции тройных стыков, и конкретный механизм этого зависит от дислокаций, из которых состоит граница. Например, в простом случае, показанном на рис. 4.11, б, движение стыка A может совершаться расщеплением более высокоугловой границы AB для обеспечения дислокациями границы AC и AD . В общем случае же взаимодействие у тройного стыка дислокаций более сложное.

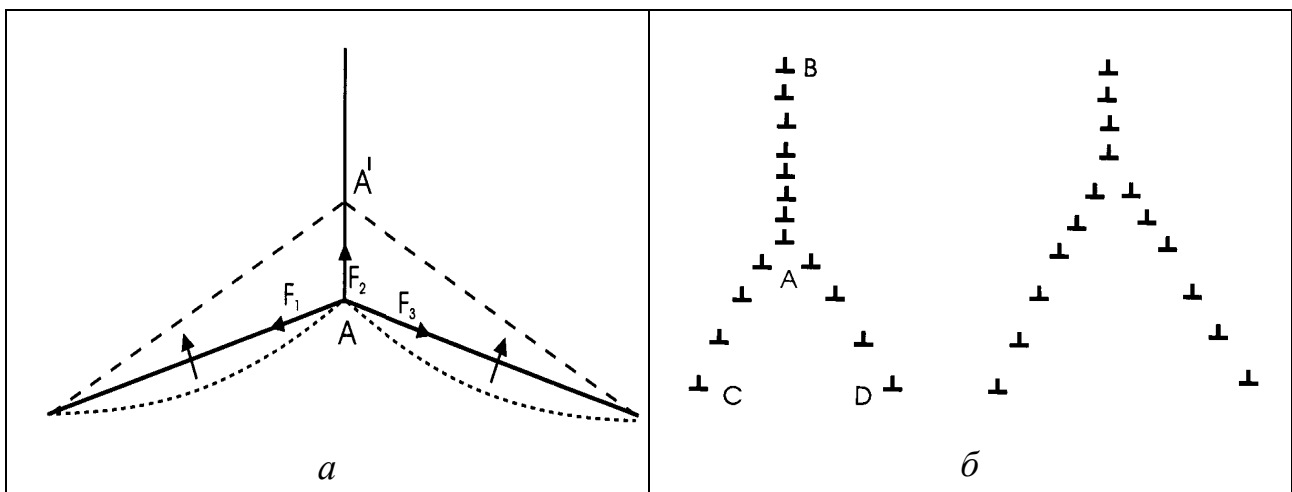


Рис. 4.10. Миграция малоугловых границ:
 а – миграция тройного стыка под действием сил,
 б – миграция тройного стыка при росте субзерна

Рост субзерен полигонизованной структуры

Симметричные границы наклона могут мигрировать скольжением краевых дислокаций, составляющих границу. Подвижность их высока, и миграция может происходить при низких температурах. Рост субзерен полигонизованных структур широко исследовался. На примере цинка, LiF, Fe-Si показано, что разориентировка МУГ и объем увеличиваются в логарифмической зависимости от времени, а энергия активации увеличивается с ростом

субзерна. Полигонизация искривленного кристалла, показанная на рис. 4.6, является весьма специфическим случаем формирования и роста субзерен, и мало соответствует росту субзерен в поликристалле или в монокристалле, подвергнутых сложному деформированию.

Рост субзерен при отсутствии градиента разориентировки

Между тем, разница между ростом субзерен и ростом зерен значительная. В рассмотренном выше случае границы высокоугловые, равновесные углы равны 120° . В противоположность этому, как отмечено в главе 2, энергия МУГ сильно зависит от разориентировки и плоскости границы и углы между границами в общем случае не равны 120° . В слабodeформированном материале иногда возникают даже прямоугольные стыки. Однако в сильнодеформированном материале субзеренная структура часто похожа на зеренную, хотя модель для описания ВУГ в случае интерпретации кинетики роста субзерен следует применять осторожно. Тем не менее, в моделировании кинетики роста субзерен миграцией границы обычно принимаются соответствующие значения подвижности границы M и удельного давления на границу P и рост субзерен может рассчитываться по схеме, подобной росту зерен.

Если нет градиента разориентировки, и θ постоянно в процессе роста субзерна, используя уравнение (4.27) и принимая $\frac{dR}{dt} = V$, получаем

$$\frac{dR}{dt} = \frac{\alpha M \gamma_s}{R}. \quad (4.35)$$

Интегрируя, получаем

$$R^2 - R_0^2 = C t. \quad (4.36)$$

где $C = 2\alpha M \gamma_s$ и R_0 – размер субзерна при $t=0$.

Если C остается постоянным в процессе роста, уравнение (4.36) имеет тот же вид, который для роста зерен и подобно уравнению (4.28) с $n=2$.

Рост субзерен при градиенте разориентировки

В большинстве деформированных материалов после возврата имеется *градиент разориентировок* $\beta = \frac{d\theta}{dR}$. В этом случае средняя разориентировка субзерен θ будет увеличиваться с ростом субзерен.

Возврат при наличии градиента разориентировок играет важную роль в частности в зародышеобразовании при рекристаллизации.

Энергия МУГ изменяется с изменением θ . Для малых разориентировок $\gamma_s = \frac{\theta\gamma_m}{\theta_m}$ (γ_m – энергия границы, когда разориентировка достигает θ_m т. е., переход к высокоугловой разориентировке).

Отсюда

$$P = \frac{\alpha\gamma_s}{R} = \frac{\alpha\theta\gamma_m}{\theta_m R}. \quad (4.37)$$

Так как градиент θ увеличивается с ростом субзерна,

$$\theta = \theta_0 + \Omega (R - R_0), \quad (4.38)$$

где θ_0 и R_0 – начальные значения θ и R , а Ω – градиент разориентировки. Используя уравнение (2.1)

$$\frac{dR}{dT} = \frac{\alpha M \theta \gamma_m}{\theta_m R} = \frac{\alpha M \gamma_m}{\theta_m R} [\theta_0 + \Omega (R - R_0)]. \quad (4.39)$$

При малых градиентах справедливо соотношение (4.35), однако с их увеличением при неоднородной деформации ($\Omega > 20^\circ/\mu\text{m}$) имеет место высокая скорость роста субзерен, который уменьшается с увеличением R .

Уменьшение разориентировки с ростом субзерен

Даже если нет градиента разориентировки, средняя разориентировка θ может не оставаться постоянной. Используя модель двумерной сетки, Хамфри установил, что средняя разориентировка уменьшается с ростом субзерен, и показатель степени в уравнении (4.28) была >3 (рис. 4.11). Можно ожидать, что миграция МУГ будет происходить таким образом, чтобы уменьшать локальную энергию путем уничтожения или сокращения границ с высокими большими углами (с более высокой энергией).

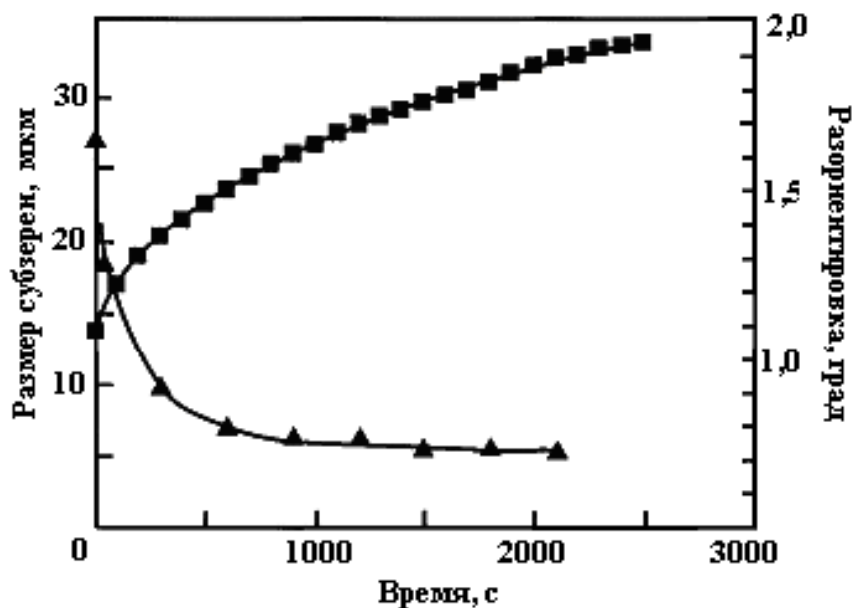


Рис. 4.11. Компьютерное моделирование роста субзерен и разориентировок при отсутствии градиента разориентировок (Хамфри, 1992)

Рост субзерен поворотами и коалесценцией

Альтернативный механизм роста субзерен, предложенный Ху, основан на экспериментах по *in-situ* отжигу Fe-Si сплавов. Он предложил, что субзерна могут поворачиваться путем зернограницной диффузии, пока они не достигнут ориентировки соседних субзерен. Два субзерна затем будут срастаться путем небольшой миграции границы, движущей силой этого является уменьшение энергии границы. Схематически процесс показан на рис. 4.12. Поворот субзерна энергетически выгоден, так как уменьшает энергию границы.

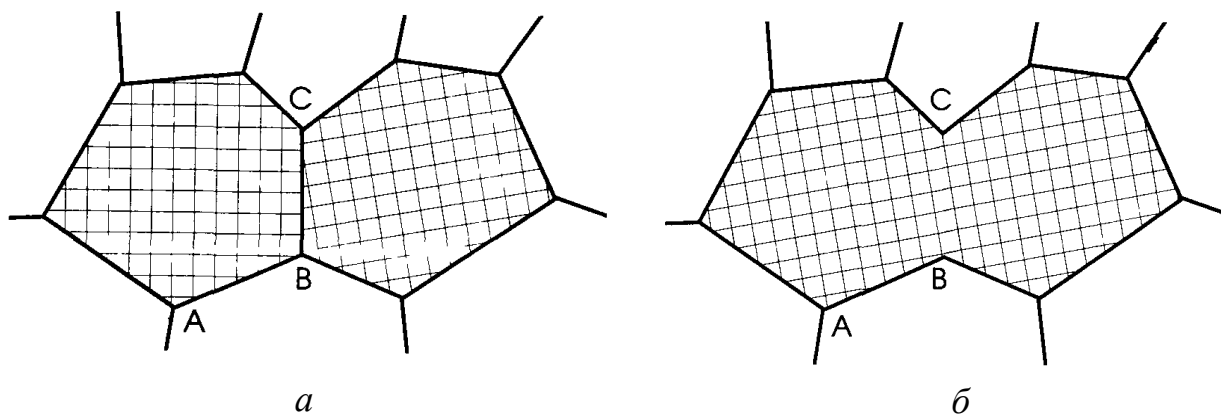


Рис. 4.12. Поворот и коалесценция субзерен

Механизмы возврата и зародышеобразование при рекристаллизации

Несомненно, что поворот субзерен и коалесценция термодинамически вероятны, и дислокации могут испускаться из границ с очень малыми углами разориентировки, что может привести к коалесценции в этих условиях. Также очевидно, что перераспределение дислокаций может происходить в МУГ, примыкающих к высокоугловым границам. Однако неочевидно, что этот механизм играет значительную роль в росте субзерен при равномерном возврате или при возврате в областях с большим градиентом разориентировок, который может быть путем зарождения рекристаллизации.

Рост субзерен и зарождение рекристаллизации из уже существующих субзерен контролируется миграцией МУГ.

4.10. Влияние частиц второй фазы на возврат

Частицы второй фазы либо могут существовать во время деформации материала, в этом случае они чаще всего распределены довольно равномерно, либо они выделяются во время отжига, в этом случае их распределение часто зависит от дислокационной структуры. В этом разделе будут рассмотрены в основном стабильное распределение частиц, которые не выделяются во время отжига.

Частицы второй фазы могут влиять на процесс возврата несколькими способами. Во время аннигиляции дислокаций и их перераспределения, которое формирует МУГ, частицы могут закрепить отдельные дислокации, что тормозит данную стадию возврата. Движущая сила возврата трехмерной дислокационной сетки дана в уравнении 4.13. Ей противодействует сила F_P , которая в первом приближении равна

$$F_P = C_1 \frac{Gb^2}{\lambda}, \quad (4.40)$$

где C_1 – константа, зависящая от взаимодействия дислокаций и частиц, λ – расстояние между частицами вдоль линии дислокации. Результирующая сила будет $F - F_P$. Это предположение справедливо только для случая, когда расстояние между частицами мало по сравнению с сеткой дислокаций.

Более интересно влияние частиц на рост субзерен в ходе возврата.

Влияние частиц на скорость роста субзерен

Очевидно, что дисперсные частицы могут оказать сильный закрепляющий субграницы эффект. Использование частиц для закрепления и стабилизации структуры, прошедшей возврат, является хорошо известным методом упрочнения и повышения сопротивления ползучести сплавов. Частицы, используемые для этих целей должны быть стабильны при высоких температурах, и оксиды, часто используемые в порошковой металлургии и для механического легирования, применяются для дисперсионного упрочнения сплавов.

В настоящее время еще не сформулирована теория подвижности границ, основанная на таких взаимодействиях, и модели, используемые для расчета роста субзерен в присутствии частиц похожи на модели роста зерен в присутствии частиц.

Сила торможения F_S одиночной сферической некогерентной частицы радиусом r :

$$F_S = \pi r \gamma, \quad (4.41)$$

а усилие, действующее на границу ввиду взаимодействия равномерно распределенных частиц с планарной границей, или *Зинеровское торможение*,

$$P_Z = \frac{3F_V \gamma}{2r}, \quad (4.42)$$

где F_V объемная доля частиц. Если межчастичное расстояние мало по сравнению с размером субзерна $2R$, движущая сила роста субзерен

$$P = P_D - P_Z = \frac{\alpha \gamma_s}{R} - \frac{3F_V \gamma_s}{2r}. \quad (4.43)$$

Учитывая, что $V = \frac{dR}{dt}$,

$$\frac{dR}{dt} = M \gamma_s \left(\frac{\alpha}{R} - \frac{3F_V}{2r} \right). \quad (4.44)$$

Это уравнение предсказывает параболический закон роста для малых значений t , а при больших – P_D сравняется с P_Z , что предсказывает *ограниченный размер субзерен* $\frac{4\alpha r}{3F_V}$.

На практике уравнение (4.44) трудно применить для определения скорости роста субзерен. В частности, исходный размер субзерен, сформированный при деформации, часто сопоставимо с межчастичным расстоянием. В этих условиях сила торможения изменяется по более сложному закону с ростом субзерен.

Стабильное распределение частиц

Для малых значений объемной доли частиц предельный размер субзерен будет пропорционален F_V^{-1} , для больших – $F_V^{-1/3}$. Критическая величина объемной доли частиц, при которой имеет место переход от одной зависимости к другой, точно неизвестна, но предполагается, что $\sim 0,06$.

Стабильная субзеренная структура наблюдается во многих сплавах, содержащих мелкодисперсные частицы, хотя систематические исследования влияния параметров частиц на предельный размер субзерен проводились мало. Если межчастичное расстояние мало (< 1 мкм) или отношение $F_V/r > \sim 0,2$ мкм⁻¹, часто рекристаллизация наступает раньше, чем размер субзерен достигнет предельных значений.

Подавление рекристаллизации

Предельный размер субзерен, определяемый частицами может существенно повлиять на рекристаллизационное поведение сплава. Если частицы препятствуют росту субзерна, оно приобретает значительную разориентировку, чтобы стать зародышем рекристаллизации, затем рекристаллизация будет подавляться.

Выделение частиц после формирования субзерен

Выделение частиц второй фазы в структуре, прошедшей возврат, может иметь место в ходе отжига пересыщенных сплавов, как Al-Mn, Fe-Cu, Fe-Ni-Cr. В этой ситуации частицы выделяются, как правило, на малоугловых границах. Такие неоднородно распределенные частицы оказывают сильный тормозящий эффект на границах и ограничивают размер субзерна.

4.11. Развитый возврат и непрерывная рекристаллизация

Сплавы, содержащие частицы

Очевидно, что имеются различия между процессами возврата и рекристаллизации, и терминология для их описания нечеткая. В частности, это касается сплавов, содержащих частицы, в которых нормальная прерывистая рекристаллизация тормозится. Нет доказательств, что при этом действуют какие-либо иные микромеханизмы кроме миграции малоугловых границ, и степень однородности возврата является важным фактором

Если после того как сформировалась стабилизированная частицами субструктура, частицы укрупняются в ходе отжига,

и субзерна растут однородно, кинетика роста контролируется укрупнением частиц, как схематически показано на рис. 4.13. Кинетика роста субзерен в этих обстоятельствах и отношение между параметрами частиц и размером субзерен будут рассмотрены в дальнейших главах.

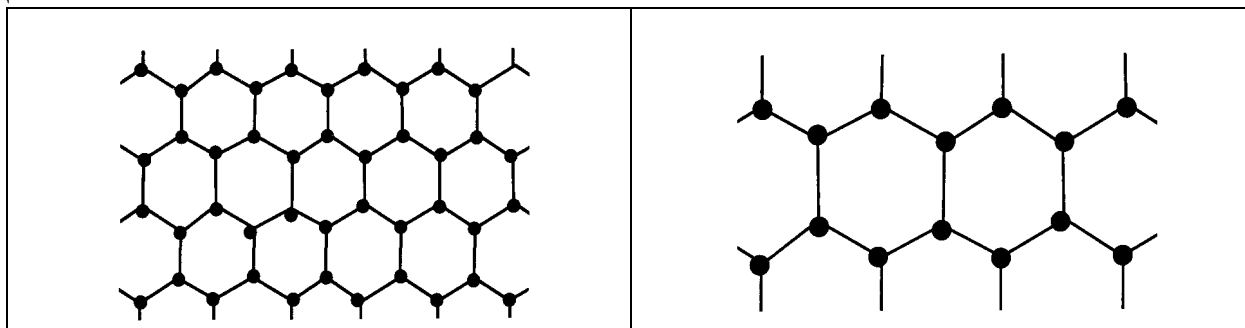


Рис. 4.13. Развитый возврат, контролируемый укрупнением частиц второй фазы

Если этот процесс будет продолжаться, масштаб субструктуры может стать сравнимым с нормальной зеренной структурой. Хотя этот феномен называется *непрерывная рекристаллизация* или *рекристаллизация in-situ*, нет очевидных подтверждений, что конечные границы являются преимущественно высокоугловыми, или возникают новые ВУГ в ходе отжига. Так что процесс является разновидностью возврата, не прерывающийся возникновением рекристаллизации, и уместнее было бы его называть *развитый (extended) возврат*.

На рис. 4.14, а показана схематически одномерная деформированная микроструктура. Распределение частиц показано по горизонтальной оси, а ориентация – по вертикальной оси. Микроструктура представлена двумя зернами, каждое из которых содержит мелкие субзерна. При отжиге при низкой температуре начинается возврат, и частицы не влияют на рост исходного субзерна до тех пор, пока размер субзерна не станет сравнимым с межчастичным расстоянием (рис. 4.14, б), при этом субзеренная структура стабилизируется.

Разброс ориентировок внутри зерна не изменяется существенно во время роста субзерна, и нет общего градиента разориентировок внутри зерен, разориентировка субзерен остается малой. Дальнейший отжиг при более высоких температурах может вызвать укрупнение частиц, позволяя субзернам расти (рис. 4.14, в), и этот процесс является *развитым возвратом*. Если рост частиц продолжается, впоследствии (рис. 4.14, г) микроструктура будет содержать главным

образом высокоугловые границы. Эта структура подобна рекристаллизованной структуре, и процесс может быть назван *непрерывной рекристаллизацией*. Однако необходимо отметить, что этот термин не предполагает действие какого-либо особенного механизма и может применяться к любому процессу, в котором структура с ВУГ *эволюционирует без образования зародыша и его последующего роста*. Разница между развитым возвратом и непрерывной рекристаллизацией, таким образом, определяется относительным количеством низко- и высокоугловых границ в микроструктуре и могут быть промежуточные случаи. Примером развитого возврата является эволюция структуры в деформированном Al–6%Ni сплаве.

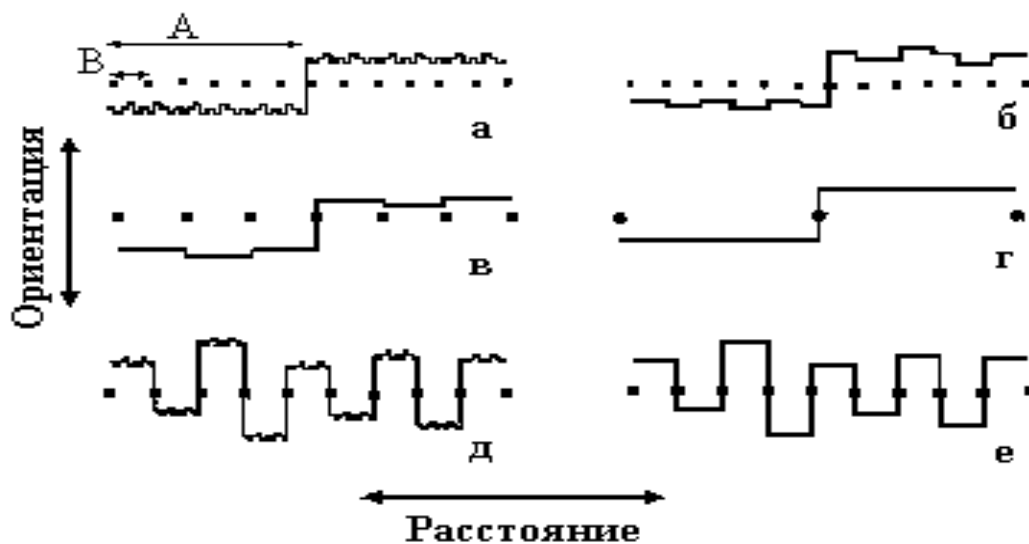


Рис. 4.14. Схема развитого возврата и непрерывной рекристаллизации

Переход от развитого возврата к непрерывной рекристаллизации также зависит от степени деформации и исходного размера зерен. С увеличением степени деформации количество высокоугловых границ в структуре увеличивается вследствие необходимости геометрической аккомодации и из-за формирования неоднородностей, как полосы деформации. В соответствии с рис. 4.14, а отношение расстояния между ВУГ и к межчастичному расстоянию (A/B) уменьшается с увеличением степени деформации, и переход от развитого возврата к непрерывной рекристаллизации не требует сильного укрупнения частиц. Для очень больших деформаций (рис. 4.14, д) расстояние между ВУГ и межчастичное расстояние приближаются ($A/B \sim 1$), структура, содержащая

преимущественно ВУГ может формироваться при невысоких температурах отжига без укрупнения частиц (рис. 4.14, е).

Такая структура будет стабильной, так как расстояние между ВУ границами меньше, чем размер зерен, лимитируемый частицами.

Однофазные сплавы

Вышеописанные процессы также могут возникать и в однофазном сплаве. Если образование зародыша рекристаллизации невозможно, будет протекать возврат, формируя крупные субзерна. Этот тип развитого возврата был отмечен в зернах с особой ориентировкой в алюминии.

Исследования последних лет четко обнаружили, что интенсивная холодная деформация металла может привести к формированию субструктуры, которая состоит почти целиком из высокоугловых границ.

Процессы отдыха при комнатной температуре и невысоких температурах отжига приводят к мелкозернистой «рекристаллизованной» микроструктуре, подобной на рис. 4.14 д, которая относится к категории *непрерывной рекристаллизации*. Такое поведение наблюдали в сплавах, содержащих медь и никель (Смирнова, 1986), в магниевых и титановых сплавах (Кайбышев, 1992) в сплаве Al Mg (Вонг и др., 1993), Эти материалы были деформированы до степени порядка $e=3...7$, и размер сформированных зерен находился в пределах 0,1–0,5 мкм. Так как эти материалы имели большой уровень запасенной энергии и не содержали частицы второй фазы, тормозящие границы, их структура нестабильна при высоких температурах. Тем не менее, показано, что эти материалы могут демонстрировать такие интересные механические свойства, как низкотемпературная сверхпластичность.

Следует отметить, что явление *геометрической динамической рекристаллизации*, которая может проходить при высокотемпературной деформации, является высокотемпературной версией непрерывной рекристаллизации. Совместное рассмотрение этих процессов показывает, что обычные определения возврата и рекристаллизации иногда неадекватно описывают поведение сплавов при отжиге, в частности содержащих дисперсные частицы.

На рис. 4.15 показана связь некоторых этих явлений в условиях параметров дисперсных частиц и деформации. Хотя связь между F_V , d , степенью деформации и непрерывной рекристаллизацией (показана сплошной линией) хорошо известна, правая часть графика дискуссионна. К тому же, другие параметры, как температура деформации, исходный размер зерен, также существенно влияют на размер области протекания непрерывной рекристаллизации.

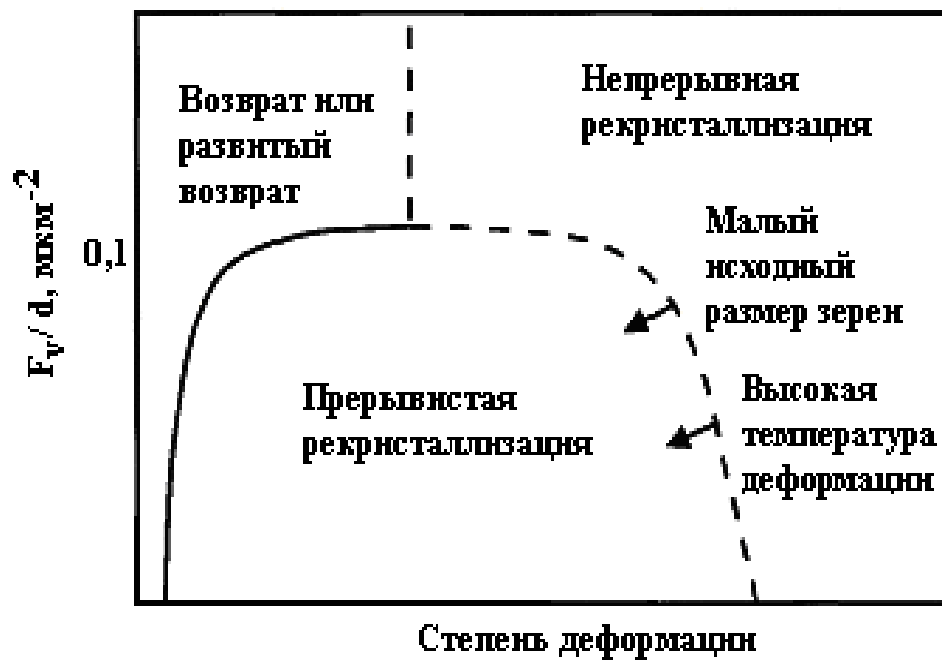


Рис. 4.15. Связь между непрерывным и прерывистым поведением материала при отжиге

Можно заключить, что мелкозернистые микроструктуры, полученные деформацией промышленных сплавов до больших степеней деформации, можно интерпретировать в рамках существующих моделей, не привлекая какие-либо новые механизмы.

Контрольные вопросы

1. Чем отличаются стадии возврата – отдых и полигонизация?
2. Как влияют внешние параметры (температура, степень деформации) на кинетику возврата?
3. Возможно ли формирование зеренной структуры при возврате?
4. Как влияют частицы на кинетику возврата и на конечную структуру?

ГЛАВА V. РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ В ОДНОФАЗНЫХ СПЛАВАХ

Возврат, рассмотренный в предыдущей главе, является относительно однородным процессом, как в объеме, так и во времени. Возврат развивается постепенно и трудно определить начало или конец процесса. В противоположность этому, рекристаллизация включает *формирование новых недеформированных зерен* в определенных частях образца, *и их рост*, израсходовав деформированной или полигонизованной структуры. Микроструктура в любой момент времени разделена на рекристаллизованную и нерекристаллизованную области, и доля рекристаллизованных зерен увеличивается от 0 до 1.

Рекристаллизацию деформированной структуры часто называют *первичной*, чтобы отличать ее от процесса преувеличенного роста зерен, который может происходить в полностью рекристаллизованном материале и называется *вторичной рекристаллизацией* или *анормальным ростом зерна*.

Рекристаллизация подразделяется на 2 стадии: зарождение новых зерен и их рост, в ходе которых деформированная структура замещается новыми зернами. Хотя эти события наступают последовательно для каждого отдельного зерна, зарождение и рост могут иметь место в любой момент и в любом объеме образца. Следовательно, кинетика рекристаллизации поверхностно подобна кинетике фазового превращения.

Развитие рекристаллизации во время изотермического отжига в общем случае представлено сигмоидальной зависимостью рекристаллизованного объема (X_V) от времени (рис. 5.1), и имеет инкубационный период.



Рис. 5.1. Типичная кинетическая кривая рекристаллизации в ходе изотермического отжига

5.1. Количественные характеристики

Рекристаллизация является микроструктурным превращением, которое можно описать количественной металлографией.

Распространение рекристаллизации в объеме часто описывается параметром X_V , для изотермического эксперимента удобно использовать время $t_{0,5}$, (время, за которое 50% объема будет рекристаллизовано) как параметр скорости процесса, и температуру рекристаллизации – температура, при которой за определенный промежуток времени 50% объема будет рекристаллизовано.

Зарождение (зародышеобразование)

Зародышем рекристаллизации можно называть кристаллит с низкой внутренней энергией, растущий в деформированную матрицу, от которой он отделен высокоугловой границей зерна.

Если количество зародышей в единице объема N постоянно во время рекристаллизации, то это ключевой параметр. Однако, если N не постоянно, следует рассматривать параметр скорость зарождения dN/dt . Так как зарождение – сложный процесс, то и скорость зарождения не остается постоянным в ходе рекристаллизации.

Рост зародышей

В общем случае рост зерен – процесс миграции границ, рассмотренный в главе 3. Скорость высокоугловой границы V

$$V = M \cdot P. \quad (5.1)$$

Движущая сила миграции определяется плотностью дислокаций, которая тем выше, чем выше запасенная энергия пластической деформации. Результирующая движущая сила рекристаллизации

$$P = E_D = \alpha \rho G b^2, \quad (5.2)$$

где α – константа порядка 0,5. Для значений $\rho \sim 10^{15} \text{ м}^{-2}$, характерной для металлов, и принимая $G b^2 = 10^{-9} \text{ Н}$, получим, что движущая сила рекристаллизации порядка 1 МПа.

Кривизна границ

Рассмотрим сферический зародыш радиусом R , растущий в деформированную структуру. Сила, противодействующая росту, вызвана кривизной высокоугловой границы с энергией γ_G . Уменьшение деформированного зерна приводит к снижению

протяженности границы и ее энергии. Тормозящая сила выражается уравнением Гиббса-Томсона:

$$P_c = \frac{2\gamma_{\Gamma}}{R}. \quad (5.3)$$

Однако эта сила значима только на ранних стадиях рекристаллизации, когда размер новых зерен мал. Так, если $\gamma_{\Gamma} \sim 0,5 \text{ Дж м}^{-2}$ и движущая и тормозящая сила равны для $R \sim 1 \text{ мкм}$. Следовательно, зерно меньшего размера не испытывает движущей силы рекристаллизации.

Удельное давление на границу, а, следовательно, скорость миграции границы, может не оставаться постоянной в ходе рекристаллизации. В частности, движущая сила может уменьшаться действием конкурирующего возврата, и подвижность границ в объеме образца может сильно различаться. Следовательно, скорость роста, являющаяся важным параметром в любой модели рекристаллизации, также является сложной функцией материала и условий деформации и отжига.

5.2. Законы рекристаллизации

Законы рекристаллизации были сформулированы Мелом (1948), Берком и Тернболом (1952) для рационализации поведения материала при рекристаллизации. Это качественные формулировки, основанные на экспериментах, выражают влияние исходной микроструктуры, параметров обработки на время рекристаллизации и размер рекристаллизованных зерен. Эти правила охватывают большинство случаев, когда рекристаллизация рассматривается как процесс зарождения и роста, контролирует термически активированными процессами, движущая сила которых обусловлена запасенной энергией деформации.

1. **Для начала рекристаллизации требуется минимально необходимая деформация.** Деформация, т. е. запасенная энергия, должна быть достаточной, для образования зародышей и обеспечения необходимого их роста.
2. **Температура, при которой возникает рекристаллизация, уменьшается с увеличением времени отжига.** Это исходит из факта, что микроскопические механизмы, контролирующие рекристаллизацию, являются термически активируемыми и отношение между скоростью рекристаллизации и температурой выражается уравнением Аррениуса.

3. **Температура, при которой начинается рекристаллизация, уменьшается с увеличением степени деформации.** Запасенная энергия, обеспечивающая движущую силу рекристаллизации, увеличивается с увеличением степени деформации. Зарождение и рост либо начинаются быстрее, либо при более низких температурах в более сильнодеформированном материале.
4. **Размер рекристаллизованных зерен зависит от степени деформации, будучи меньше при больших степенях деформации.** Скорость зарождения больше зависит от степени деформации, чем скорость роста. Следовательно, большая степень деформации вызывает образование большего количества зародышей, значит более мелкозернистую структуру.
5. **Для данной степени деформации температура рекристаллизации увеличивается:**
 - **при большем исходном размере зерен.** Границы зерен являются местами зарождения, следовательно, увеличение размера зерен уменьшает количество мест зарождения.
 - **при более высокой температуре деформации.** При более высокой температуре деформации протекает динамический возврат, уменьшая запасенную энергию.

5.3. Факторы, влияющие на скорость рекристаллизации

Хотя законы рекристаллизации применимы для общего описания поведения материалов при рекристаллизации, многие параметры материалов и обработки должны приниматься во внимание для понимания рекристаллизации на более тонком микроструктурном уровне.

Степень и мода деформации

Деформация увеличивает запасенную энергию и количество эффективных зародышей. Как известно, при минимальной деформации ниже ~1–5% рекристаллизация не начинается. Мода деформации также влияет на скорость рекристаллизации. В монокристаллах, деформированных по единичной системе скольжения, при отжиге наступает возврат, так как микроструктура не содержит неоднородностей и градиенты ориентировок, необходимых для зарождения. Например, в цинке, деформированном по базисной системе скольжения, рекристаллизация не наступает, а при некоторой избыточной деформации материал может

рекристаллизоваться. В меди, деформированной растяжением, температура рекристаллизации уменьшается с увеличением степени деформации. Однако деформация до одной и той же степени комбинацией растяжения и сжатия, приводит к увеличению температуры рекристаллизации.

Ориентировка зерен

Монокристаллы. Микроструктура и запасенная энергия деформированного металла зависит от действующих систем скольжения, и значит, от исходной ориентировки. Следовательно, исходная ориентировка влияет на зарождение и движущую силу рекристаллизации.

Эксперименты на монокристаллах Fe-Si и меди с различной ориентировкой показали, что кинетика рекристаллизации прокатанного на 80% металла сильно отличается (табл. 5.1).

Таблица 5.1

Рекристаллизация в монокристалле Fe-Si при 600 °С

Исходная ориентировка	Конечная ориентировка	Время 50% рекристаллизации	Ориентировка после рекристаллизации
(111) [112]	(111) [112]	200	(110) [001]
(110) [001]	(111) [112]	1000	(110) [001]
(100) [001]	(001) [210]	7000	(001) [210]
(100) [011]	(100) [011]	Нет рекрист.	(100) [011]

Поликристаллы. В поликристаллических материалах в целом скорость рекристаллизации может зависеть от исходной текстуры и текстуры после деформации. В железе, например, отмечена зависимость запасенной энергии от ориентировки (см. главу 1), на этой основе сделано предположение, что различные текстурные компоненты рекристаллизуются в определенной последовательности (рис. 5.2).

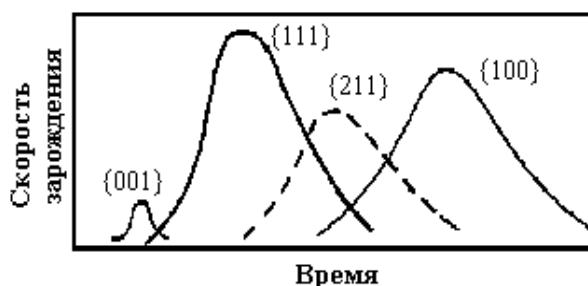


Рис. 5.2. Ориентационная зависимость зарождения при рекристаллизации деформированного железа

Отсюда можно сделать два важных вывода:

1. Селективная рекристаллизация различных компонентов текстуры неизбежно приводит к неоднородной рекристаллизации.

2. Рекристаллизационное поведение материала определяется не только ориентировками после деформации, но и до деформации. Предыстория деформации влияет на величину запасенной энергии и неоднородности микроструктуры, и кажущиеся идентичными компоненты текстуры могут рекристаллизоваться по-разному.

Исходный размер зерен

В общем случае мелкозернистый материал рекристаллизуется быстрее, чем крупнозернистый. Размер зерен может влиять на скорость рекристаллизации несколькими способами:

1. Запасенная энергия слабодеформированного металла увеличивается с уменьшением размера зерен (см. главу 1).
2. Неоднородности деформированной структуры, как полосы сдвига или деформации, легче формируются в КЗ материале, и они также являются местами зарождения. Количества таких структурных элементов уменьшается с уменьшением размера зерен.
3. Границы зерен являются предпочтительными местами зарождения, следовательно, количество вероятных зародышей больше в мелкозернистом материале.
4. Исходный размер зерен влияет на текстуру деформации, следовательно, и на текстуру рекристаллизации, и ее кинетику.

В подтверждение этого, например, скорость роста зерен в мелкозернистой меди ($d=15$ мкм) в 20 раз выше, чем в КЗ ($d=50$ мкм), различие в кинетике рекристаллизации, прежде всего, определяется текстурой.

Примесные атомы

Примесные атомы обычно оказывают тормозящее рекристаллизацию действие. Табл. 5.2 показывает влияние зонной очистки на температуру рекристаллизации различных металлов, подвергнутых большим степеням обжатия прокаткой. Хотя количество и тип включений в промышленных материалах точно не установлено, в ряде случаев они могут содержать частицы второй фазы, которые производят заметный эффект.

Количественно влияние примесных атомов на рекристаллизацию зависит от особенностей пары «растворитель – растворенный элемент». Например, даже очень малые концентрации железа в алюминии высокой чистоты повышают температуру рекристаллизации на ~ 100 °С.

Таблица 5.2

Влияние чистоты металла на температуру рекристаллизации

Металл	Температура рекристаллизации, °С	
	Промышленной чистоты	Зонная очистка
Al	200	-50
Cu	180	80
Fe	480	300
Ni	600	300
Zr	450	170

Примеси могут влиять как на зарождение, так и на рост зерен. Конечно, трудно измерить, и даже определить скорость зарождения в рекристаллизации, и влияние примесей численно не определялось. Примеси могут в некоторых случаях оказать сильное влияние на процесс возврата, который может изменить движущую силу рекристаллизации. Однако большинство экспериментальных работ предполагают, что главное влияние примесей – на подвижность границ зерен, следовательно, на рост зерен.

Температура и скорость деформации

При температурах, когда протекают термически активируемые процессы возврата, как переползание дислокаций, микроструктура зависит от температуры и скорости деформации. После деформации при высокой температуре с низкой скоростью деформации запасенная энергия уменьшается, и рекристаллизация меньше вероятна, чем после деформации до тех же степеней при более низких температурах.

Условия отжига

Температура отжига. Как показано на рис. 5.3, температура отжига значительно влияет на кинетику рекристаллизации.

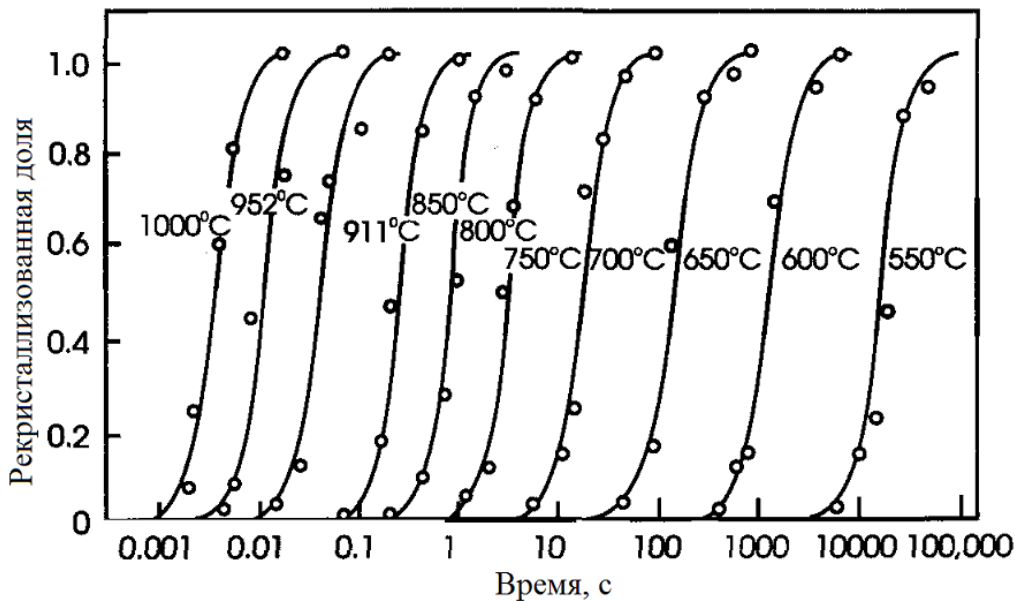


Рис. 5.3. Влияние температуры отжига на рекристаллизацию деформированной на 60% сплава Fe-3.5%Si

Если рассмотреть превращение структуры полным и принять время 50% рекристаллизации ($t_{0,5}$) скорость рекристаллизации имеет вид:

$$\text{Скорость} = \frac{1}{t_{0,5}} = C \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right), \quad (5.4)$$

где Q – энергия активации рекристаллизации, которая не должна быть константой. Ее величина может зависеть от степени деформации, чистоты металла. Например, добавка в алюминий 0.0068% ат. меди повышает энергию активации рекристаллизации с 60 до 120 КДж/моль.

Рассмотрим отдельно процессы зарождения и роста.

$$\text{Зарождение} = C_1 \exp\left(-\frac{Q_3}{kT}\right) \quad (5.5)$$

$$\text{Рост} = C_2 \exp\left(-\frac{Q_P}{kT}\right) \quad (5.6)$$

Уравнение (5.6) применимо, так как миграция границ зерен подчиняется такому типу зависимости (см. главу 3), уравнение (5.5) мало применяется, поскольку на практике скорость зарождения постоянна. Если мы можем заключить, что контролирующим процессом зарождения является рост субзерен, энергия активации этого процесса более уместно для зарождения.

Скорость нагрева образца до температуры отжига тоже является важным параметром, так как быстрый нагрев может уменьшать возврат, протекающий перед рекристаллизацией, и сохранить большую движущую силу, способствуя рекристаллизации. Такой эффект можно предсказать, если температурная зависимость контролирующих механизмов будет различной, т. е., энергия активации рекристаллизации выше чем энергия активации возврата. Однако это неочевидно для однофазных сплавов. Для сложных сплавов много экспериментальных работ по влиянию скорости нагрева на рекристаллизацию. Установлено, что быстрый нагрев ускоряет рекристаллизацию и приводит к формированию более мелкозернистой структуры в сплавах Al-Li, Al-Zn-Mg-Cu-Si (AA7075). Такие результаты объясняют влиянием примесей и частиц второй фазы, тормозящих возврат. Напротив, в сталях, быстрый нагрев может замедлять рекристаллизацию. В этом случае скорость нагрева определяет количество углерода в твердом растворе, и это оказывает обратный эффект на рекристаллизацию.

5.4. Кинетика первичной рекристаллизации (модель JMAK)

Тип кривой на рис. 5.1 характерен для многих превращений и может применяться для описания процессов зарождения и роста. Работы Колмогорова (1937), Джонсона и Мела (1939) и Авраами (1939) известны как модель JMAK.

Модель предполагает, что зародыши формируются со скоростью N и зерна растут в деформированную матрицу с линейной скоростью G . Если зерна принять сферической формы, их объем изменяется как D^3 , и доля рекристаллизованного материала X_V увеличивается во времени. Однако новые зерна в конечном счете будут сталкиваться, и скорость рекристаллизации будет уменьшаться, а X_V достигнет 1.

В общем виде модель JMAK выражается уравнением Авраами, Джонсон-Мела

$$X_V = 1 - \exp(-B t^n), \quad (5.7)$$

где B учитывает вышеуказанные параметры.

В случае, когда зерна растут в трех направлениях, показатель степени в уравнении $n=4$. Эта модель предполагает, что скорости зарождения и роста постоянны во времени. Авраами рассматривал также случай, когда скорость зарождения не постоянна, а уменьшается во времени. В этом случае значения n лежат в интервале 3...4.

Важно рассмотреть два граничных случая:

1) $N = \text{const}$, $n=4$, и

2) $N \neq \text{const}$, когда скорость зарождения уменьшается так быстро, что все акты зарождения происходят в начале рекристаллизации. Это называется *насыщенное зарождение* (*site saturated nucleation*).

Эта модель также предполагает, что вплоть до столкновения зерна растут изотропно в трех направлениях. Если рост зерна затруднен и происходит в одном или двух направлениях, значения n будут уменьшаться.

Кан (1956) расширил модель ЖМАК, считая, что места зарождения расположены на случайных местах границ зерен, и установил, что значения n изменяются с 4 в начале рекристаллизации до 1 в конце.

Следует отметить, что существенной особенностью этой модели является допущение, что места зарождения распределены случайно.

Методология микроструктурного поведения

Попытка усовершенствовать модель ЖМАК была сделана Вандермеером и Ратом (1989), используя *методологию микроструктурного поведения* (*microstructural path methodology* (MPM)). В этом случае использованы более реалистичные и более сложные по геометрии модели с дополнительными структурными параметрами.

Как и в модели ЖМАК, удобно применять концепцию, дополнительного объема (*extended volume*) (X_{VEX}) который связан с рекристаллизованным объемом (X_V) уравнением:

$$X_V = 1 - \exp(-X_{VEX}). \quad (5.8)$$

В дополнение этому, микроструктура характеризуется наличием промежуточной области (*interfacial area*) между рекристаллизованной и нерекристаллизованной структурой (S_V), которая связана с дополнительным промежуточным объемом (S_{VEX}) как:

$$S_{VEX} = \frac{S_V}{1 - X_V}. \quad (5.9)$$

Как и в предыдущей модели, это уравнение справедливо для случайного распределения рекристаллизованных зерен.

Поскольку X_{VEX} и S_{VEX} являются микроструктурными параметрами, то они могут определяться металлографическим анализом. Если D_L – наибольшее сечение не столкнувшихся зерен, то размер зерна, который рекристаллизовался самым первым – $D_L/2$.

Вандермеер и Рат показали, что параметры зарождения и роста зависят от времени. Метод определения скорости зарождения и роста и размера рекристаллизованных зерен основан на преобразованиях Лапласа.

Для изотермического отжига предполагается, что зависимость X_{VEX} , S_{VEX} и D_L от времени выражается как

$$X_{VEX} = B t^n; \quad (5.10)$$

$$S_{VEX} = K t^m; \quad (5.11)$$

$$D_L = S t^s. \quad (5.12)$$

Для сферического зерна, которое сохраняет форму в ходе роста

$$\delta = 3m - 2n; \quad (5.13)$$

$$r = s = n - m. \quad (5.14)$$

Установлено, что $\delta=1$ для постоянной скорости зарождения, $\delta=0$ для насыщенного зарождения, $r = s = 1$ соответствует постоянной скорости роста.

5.5. Кинетика рекристаллизации в реальных материалах

Неоднородное распределение зародышей

Хорошо известно, что места зарождения при рекристаллизации распределены неравномерно. Это показано экспериментально практически во всех исследованных материалах, как железо, медь, латуни, алюминий.

В масштабах индивидуального зерна зарождение рекристаллизации неоднородно в объеме и наблюдается преимущественно на границах исходных зерен, полосах переориентации и полосах сдвига. При небольших степенях деформации образуется незначительное количество таких неоднородностей, и немногие из них выступают как места зарождения. Ведут или нет эти неоднородности в целом к неоднородности распределения зародышей, зависит от количества зародышей относительно количества мест потенциального зарождения, как показано на рис. 5.4. Если зарождение происходит

на границах зерен, одинаковое количество зародышей в мелкозернистом материале приведет к более равномерной рекристаллизации, чем в КЗ материале.

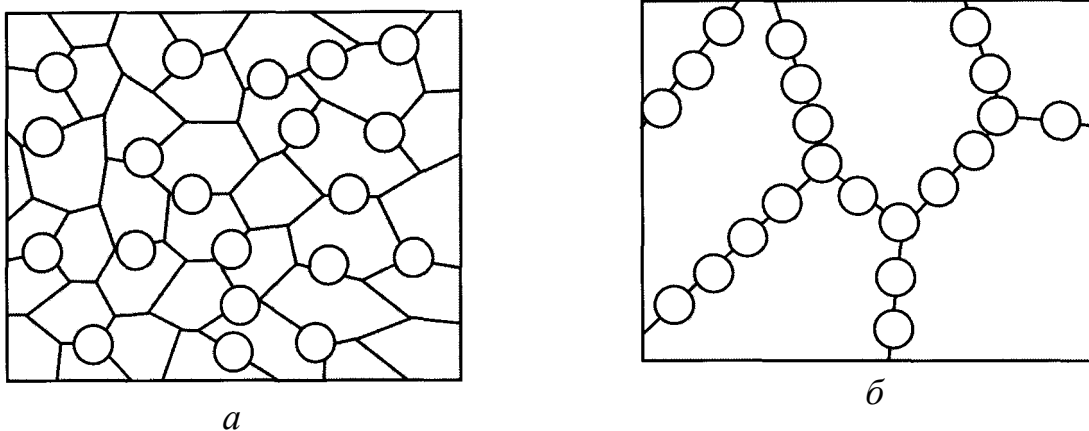
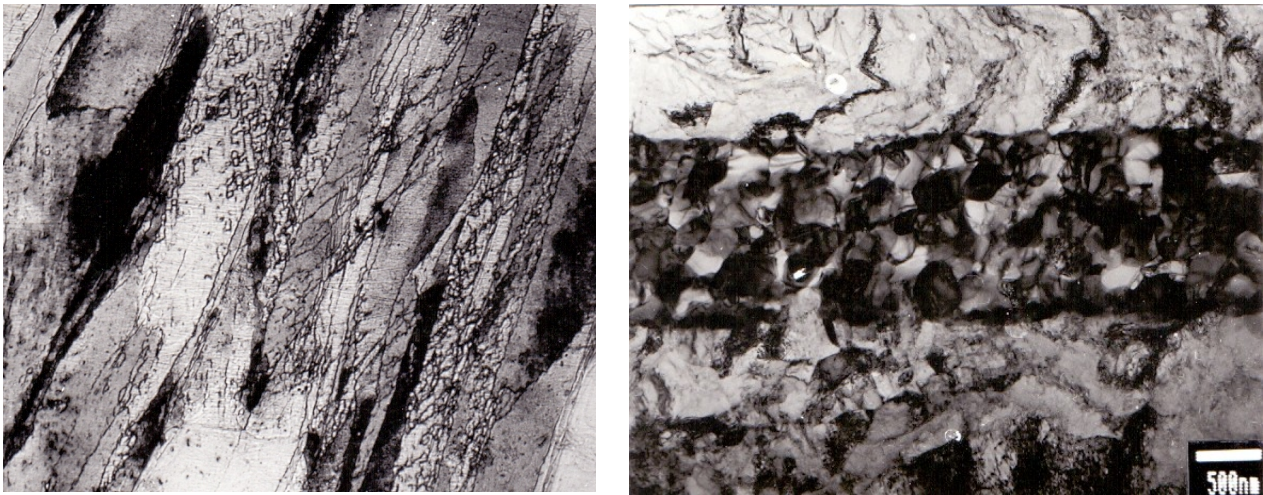


Рис. 5.4. Схема влияния исходного размера зерен на неоднородность зарождения:
а – исходная мелкозернистая структура,
б – исходная крупнозернистая структура

В больших масштабах не все зерна в материале рекристаллизуются с одинаковой скоростью, и это масштабная неоднородность, которая приводит к неоднородной рекристаллизации. Этот эффект является следствием разной ориентировки зерен. Как обсуждалось в гл. 1, действующие системы скольжения и схема деформации зависят от кристаллографической ориентировки. Следовательно, распределение и плотность дислокаций и неоднородностей также зависят от кристаллографической ориентировки. Отсюда, наличие и жизнеспособность мест зарождения, и скорость роста рекристаллизованных зерен сильно зависит от ориентировок. Примером является α -латунь, в которой, в зависимости от исходной ориентировки, зерна могут деформироваться либо однородным скольжением, либо двойникованием и образованием полос сдвига. При отжиге последние рекристаллизуются в первую очередь, и полностью рекристаллизуются, прежде чем в первых начнется рекристаллизация. Такое поведение наблюдали и в аустенитной стали (рис. 5.5).



а

б

Рис. 5.5. Образование полос деформации (а) и локализованная рекристаллизация внутри полосы деформации (б) в аустенитной стали 18Cr-10Ni. Фото автора

В сплавах, содержащих крупные частицы второй фазы, которые стимулируют зарождение центров, скопление частиц может привести к макроскопически неоднородной рекристаллизации.

Изменение скорости роста во время рекристаллизации

Очевидно, что скорость роста (G) в ходе рекристаллизации не постоянна в пространстве и времени. Хотя могут быть некоторые изменения подвижности границ в ходе рекристаллизации, например, из-за ее зависимости от ориентировки, главной причиной изменений скорости роста представляется *изменение движущей силы*. Движущая сила может изменяться в объеме материала ввиду микроструктурной неоднородности и может снижаться ввиду протекания конкурирующего возврата.

Скорость роста существенно зависит от времени отжига, согласно уравнению

$$P_c = \frac{2\gamma_{\Gamma}}{R}. \quad (5.15)$$

Роль микроструктурных неоднородностей

Неоднородность деформированной микроструктуры приводит не только к неоднородному распределению зародышей рекристаллизации, но и к неоднородности запасенной энергии, ответственной за неоднородный рост зерен. Участки микроструктуры с повышенной запасенной энергией рекристаллизуются первыми.

Скорость роста зерен уменьшается во времени и пропорциональна движущей силе.

На рис. 5.6 показана ситуация, в которой деформированные зерна имеют разные уровни запасенной энергии. Даже если зарождение сравнительно однородно, рост зерен идет быстрее в зернах с большей запасенной энергией (темные зерна на рис. 5.5, а), формируя структуру, показанную на рис. 5.5, б. В этом случае не только уменьшается скорость роста с развитием рекристаллизации, но и рост зерен будет ограничен столкновением соседних растущих зерен внутри исходных зерен.

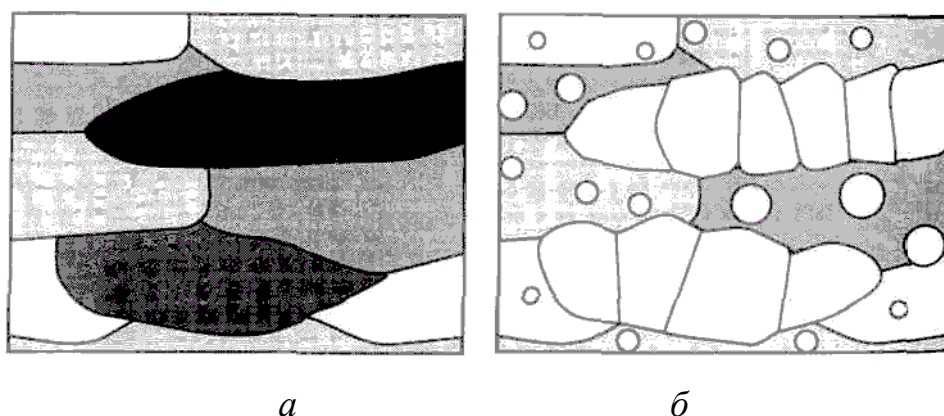


Рис. 5.6. Изменение запасенной энергии,

приводящее к неоднородности роста зерна при рекристаллизации:

а – деформированная структура, где области с повышенной энергией более темные,

б – рекристаллизация в этих областях

5.6. Рекристаллизованная микроструктура

Размер зерен

Окончательный (рекристаллизованный) размер зерен можно выразить различными параметрами зарождения и роста зерен. Любой из факторов, как малый исходный размер зерен (который способствует образованию большего количества зародышей) или большая скорость зарождения, будут приводить к формированию мелкозернистой структуры. Температура отжига оказывает меньший эффект на окончательный размер зерен. Однако изменение температуры отжига или скорости нагрева изменяет баланс между зарождением и ростом зерен, и, соответственно, окончательный размер зерен.

Размер зерен может не быть постоянным по сечению образца. Различные компоненты текстуры рекристаллизуются с различной скоростью, так что окончательный размер зерен внутри каждой компоненты текстуры будет разным. Спектр размеров зерен обычно близок к логнормальному распределению.

Форма зерен

Если зародыши распределены равномерно, и рост зерен изотропен, рекристаллизованная структура состоит из равноосных полиэдров. Хотя в многих случаях рекристаллизованные зерна близки к равноосным, анизотропный рост приводит к формированию зерен в форме реек. Этот тип анизотропии роста зависит от кристаллографии, и в частности характерен для зерен ГЦК металлов, ориентированных под углом $\sim 40^\circ$ к оси $\langle 111 \rangle$ деформированной матрицы. В этой ситуации стороны растущих зерен, которые образуют симметричные границы наклона к деформированному зерну, растут быстрее, чем другие, приводя к реечной форме зерен

В промышленных сплавах, содержащих частицы, анизотропное распределение частиц, часто вдоль плоскостей, параллельных плоскости прокатки, может уменьшать скорость роста в направлении, перпендикулярном к плоскости прокатки, приводя к формированию зерен в форме *дисков (pancake)*.

Ориентировка зерен

В общем случае рекристаллизованные зерна ориентированы не случайно, а имеют преимущественную ориентировку (текстуру).

5.7. Зарождение рекристаллизации

Зарождение рекристаллизации является критическим фактором, определяющим размер и ориентировку рекристаллизованных зерен. Для эффективного контроля рекристаллизации необходимо понимание механизмов зарождения и параметров, которые контролируют этот процесс.

Классическое зарождение

Возможность применения теории классического зарождения для фазовых превращений к рекристаллизации рассматривалась Берком и Тернболом (1952). В этой ситуации зарождение может осуществляться случайными атомными флуктуациями, приводящими

к формированию маленьких кристаллитов в ВУ границей. Такие зародыши могут быть стабильны, когда разность локальной энергии между деформированным и рекристаллизованным состоянием больше, чем энергия образования зародыша. Хотя эта теория учитывает некоторые аспекты рекристаллизации, как инкубационный период и предпочтительные места зарождения, она сильно отличается по следующим причинам:

Движущая сила мала. По сравнению с фазовыми превращениями, движущая сила рекристаллизации существенно меньше.

Поверхностная энергия большая. Энергия ВУГ, которая существенный фактор рекристаллизации, больше.

Расчеты, основанные на теории зарождения фазового превращения, показывают, что критический радиус зародыша $>0.1\mu\text{м}$, слишком большой, чтобы скорость зарождения был вероятным. Следовательно, не является применимым к рекристаллизации.

В настоящее время принято, что зародыш, от которого происходит рекристаллизация, не является зародышем в термодинамическом понимании, а является малым объемом, существующим в деформированной микроструктуре.

Вызванная деформацией миграция границ зерен (ДМГ)

Этот механизм, который известен как *механизм Бейли-Хирша*, наблюдался во многих металлах и заключается в выпучивании (*bulging*) части исходной границы, что приводит к формированию области, свободной от дислокаций (рис. 5.7). Характерные черты этого механизма таковы, что новые зерна имеют ориентировку, близкую к ориентировке исходного зерна, из которого они растут.

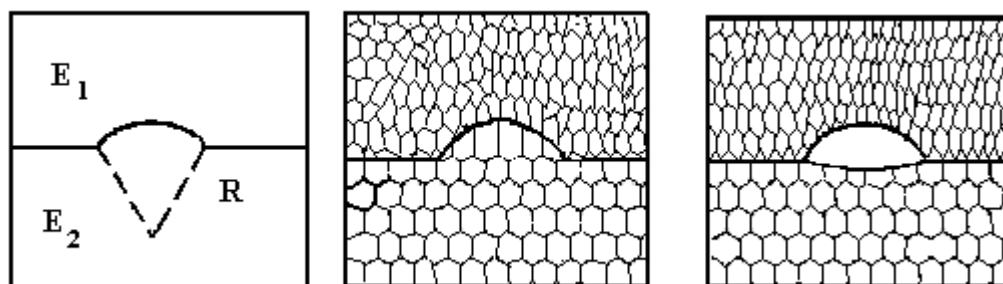


Рис. 5.7. ДМГ границы, отделяющая зерно с низкой энергией (E_2) от зерна с более высокой энергией (E_1), и формирование зародыша, свободного от дислокаций

Этот механизм особенно важен для слабдеформированных материалов (менее 20%). Близость или различие в ориентировках новых и старых зерен выявляется травлением, хотя это не самый надежный способ. Действие этого механизма предполагает, что текстура рекристаллизации будет близка к текстуре деформации.

Движущая сила ДМГ механизма – разность в плотности дислокаций в разных сторонах границы E_2-E_1 . Если выпучивающаяся граница имеет радиус R и энергию γ , межповерхностная энергия будет

$$E_{ГР} = 4\pi R^2 \gamma_{ГР} \quad (5.16)$$

и

$$\frac{dE_{ГР}}{dR} = 8\pi R \gamma_{ГР}. \quad (5.17)$$

На ранних стадиях выпучивания удельная разность энергии через границу E_V

$$\frac{dE}{dR} = 4\pi R^2 E_V. \quad (5.18)$$

Для растущего «язычка» $\frac{dE}{dR} > \frac{dE_{ГР}}{dR}$ отсюда

$$R > \frac{2\gamma_{ГР}}{E_V}. \quad (5.19)$$

Когда язычок станет полукруглым $R=L$, значение E_V достигает критической величины

$$L > \frac{2\gamma_{ГР}}{E_V}. \quad (5.20)$$

Однако при действии этого механизма ряд моментов остается неясным:

1. Как и когда мигрирующая граница отделяется от дислокационной структуры исходного зерна? Неясно, может ли граница на критической стадии (уравнение (5.21)) рассматриваться как отделяющая области E_2 и E_1 , или она разделяет E_1 и совершенный кристалл. В этом случае E_V в уравнении (5.21) выражена E_1 . Тогда критическим условием будет достижение язычком полукруглой формы. Исследования показывают, что плотность дислокаций в зоне выпучивания значительна, хотя и ниже, чем в исходном зерне.

2. Как начинается ДМГ? Происхождение необходимой для действия этого механизма разности в плотности дислокаций не вполне понятно. Она может быть непосредственным результатом деформации, так как аккумуляция дислокаций может зависеть от ориентировок, и различна в разных участках границы. Однако она может происходить также и из предпочтительного возврата вблизи границ.

Модель раннего зарождения (механизм Бека-Сперри)

В ходе миграции границ уже существуют ВУ границы, предрасположенные к рекристаллизации. Однако в большинстве случаев рекристаллизация зарождается и в других областях материала, и необходимо рассмотреть, как формируется зародыши в таких случаях. Бюргерс предположил возможность зарождения в сильно деформированных кристаллитах, либо в относительно слабodeформированных. В настоящее время известно, что зародыш формируется из дислокационных ячеек или субзерен. Хотя не вполне ясно, как эти субзерна становятся зародышами.

1. Ориентировка зародыша имеется в деформированной матрице. Неочевидно, что формируются новые ориентировки во время или после зарождения, за исключением двойникования.

2. Зарождение обеспечивается ростом субзерен. Все прямые эксперименты по *in-situ* отжигу в ПЭМ указывают на механизм миграции субграницы. Существует также возможность коалесценции субзерен на ранних стадиях. *In-situ* отжиг в ПЭМ показывает, что возврат вблизи зародышей значительно быстрее, чем в остальном материале.

3. Для того, чтобы получить ВУ границу при быстром возврате, необходимо иметь градиент разориентировки. Возврат формирует крупные субзерна, но с малыми разориентировками. В то же время такое же количество возврата в присутствии градиента разориентировок приводит к формированию ВУ границы (рис. 5.8). Необходимо отметить, что любая область с большим градиентом разориентировок имеет больше запасенной энергии (из-за дислокаций соответствия).

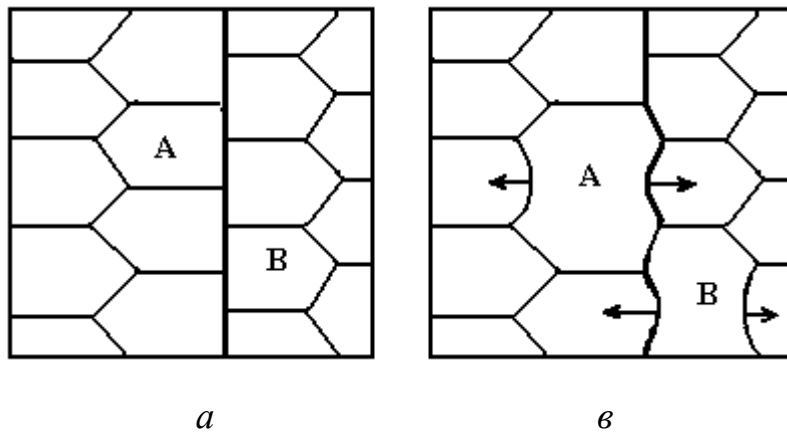


Рис. 5.8. Схема, показывающая коалесценцию субзерен вблизи высокоугловой границы: *а* – начальная субструктура, *б* – увеличенные субзерна начинают расти

5.8. Места зарождения

Рекристаллизация зарождается на неоднородностях деформированной микроструктуры, как частицы второй фазы, границы зерен или другие неоднородности, которые рассматривались в главе I. Ориентация рекристаллизованных зерен зависит от мест зарождения, которые могут повлиять на текстуру рекристаллизации.

Границы зерен

Зарождение вблизи исходных границ зерен наиболее часто встречается при больших степенях деформации. Известно, что границы зерен способствуют неоднородности скольжения, и вблизи границ зерен могут действовать различные комбинации систем скольжения. Это увеличивает локальные разориентировки, и, вероятно, рекристаллизация зарождается в местах больших градиентов разориентировок.

Полосы переориентации

Полоса переориентации отделяет части зерна, которые во время деформации приобрели различные ориентировки. Следовательно, она является местом, имеющим большой градиент разориентировки и идеальным местом зарождения. Рекристаллизацию у полос переориентации впервые наблюдали в железе (Кох и др., 1963), затем в алюминии, меди. Кристаллографические ориентировки у полос переориентации являются прямым следствием процесса скольжения, следовательно, рекристаллизованные зерна будут стремиться приобретать предпочтительные ориентировки.

Полосы сдвига

Полосы сдвига – узкие области сильно деформированного материала, обычно ориентированы под углом 35° к плоскости прокатки. Они являются результатом сильной неоднородности деформации, и их образование зависит от условий деформации, состава сплава, текстуры и микроструктуры материала. Зарождение у полос сдвига наблюдали в меди и ее сплавах (рис. 5.8), в алюминии, в сталях.

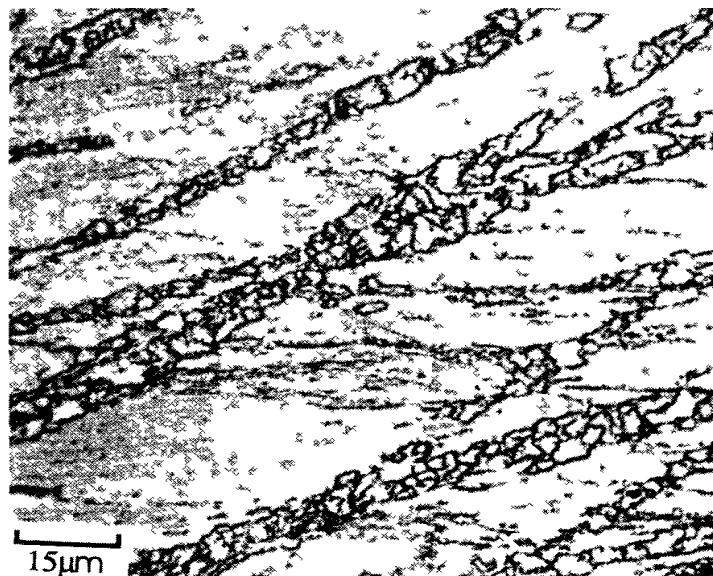


Рис. 5.8. Зарождение рекристаллизации у полос сдвига в меди

Подробности механизма зарождения у полос сдвига неизвестны, и ориентировка сформированных зерен зависит от различных факторов. Например, ориентировка зерен в α -латуни имеет большой разброс, а в алюминии у полос сдвига зарождались сильные S текстурные компоненты.

5.9. Текстуры рекристаллизации

Изучению текстур рекристаллизации посвящено значительное количество работ, так как текстуры определяют основные свойства материалов после обработки. При рассмотрении формирования текстур необходимо отметить ряд вопросов:

1. **Влияние последующего роста зерен.** Формирование текстур отжига не прекращается после завершения рекристаллизации. Оно продолжается во время роста зерен и конечная текстура не обязательно соответствует текстуре после завершения первичной рекристаллизации.

2. **Влияние степени деформации.** Много данных, в частности для ГЦК металлов, для случая отжига сильно прокатанных материалов (со степенью обжатия 95–98%) Такие большие деформации не типичны для промышленной практики.
3. **Исходная текстура.** Хотя большое внимание уделялось отношению между текстурой деформации и текстурой рекристаллизации, все больше очевидно, что ориентировки до деформации играет существенную роль в определении текстуры рекристаллизации.
4. **Влияние степени чистоты материала.** Чистота металла может сильно влиять на текстуру рекристаллизации. В большинстве случаев даже очень незначительное количество примесей могут путем влияния на подвижность границ полностью изменять текстуру отжига, например, 0,03% фосфора в меди.

Текстуры рекристаллизации в ГЦК металлах

Текстуры рекристаллизации в ГЦК металлах много сложнее, чем соответствующие текстуры деформации.

Медь и ее сплавы

Текстура прокатки чистой меди в основном содержит *tube* в пространственной ориентации, которое включает ориентации $\{123\}\langle 634\rangle$ (*S*) и $\{112\}\langle 111\rangle$ (*C*), вместе с менее значимым $\{110\}\langle 112\rangle$ (*B*) компонентом. В сильнолегированных металлах с низким значением ЭДУ, как латунь Л70, направление *B* является доминирующим, и дополнительно имеется мало значительный компонент $\{110\}\langle 001\rangle$ (*G*). В среднелегированных сплавах преобладают текстуры с более или менее плавным переходом от сильных компонент к более слабым.

В случае сильно прокатанной меди и других ГЦК металлов с средним и высоким ЭДУ текстуры рекристаллизации содержат сильную кубическую компоненту $\{001\}\langle 100\rangle$. Если значения ЭДУ малы, присутствуют слабые компоненты, соответствующие двойникам этих ориентировок. Сильная кубическая текстура меди устраняется небольшим легированием: Al 5%, Be 1%, Cd 0,2%, Mg 1,5%, Ni 4,2%, Zn 4%. Большинство этих элементов снижают ЭДУ и изменяют вид текстур деформации.

В латунях (Л70) текстура рекристаллизации обычно соответствует $\{236\}\langle 385\rangle$, но может сильно изменяться с изменением температуры отжига. Сильная кубическая текстура меди быстро ослабляется при легировании и уже при содержании 3% Zn очень слаба. Аналогично, компонента $\{236\}\langle 385\rangle$ в текстуре отсутствует при содержании цинка менее 15%. При содержании цинка 3–15% развивается серия сложных компонент. Установлено, что ЭДУ является доминирующим параметром, и с ее увеличением в текстуре уменьшается доля кубической компоненты и увеличивается компонента $\{236\}\langle 385\rangle$. В табл. 5.3 приведены компоненты текстур рекристаллизации ГЦК металлов.

Таблица 5.3

Компоненты текстур рекристаллизации ГЦК металлов

	Индексы Миллера	Углы Эйлера		
		Φ_1	Φ	Φ_2
Кубическая	$\{001\}\langle 100\rangle$	0	0	0
	$\{236\}\langle 385\rangle$	79	31	33
Госса (G)	$\{011\}\langle 100\rangle$	0	45	0
S	$\{123\}\langle 634\rangle$	59	37	63
P	$\{011\}\langle 122\rangle$	70	45	0
Q	$\{013\}\langle 2\bar{3}1\rangle$	58	18	0
R (Алюминий)	$\{124\}\langle 211\rangle$	57	29	63

Образование зародышей происходит на неоднородностях деформации всех типов. Объемная доля компоненты $\{236\}\langle 385\rangle$ уменьшается с 35% при 300 °С до 9,4% при 900 °С. Основные компоненты текстуры после высокотемпературного отжига соответствуют текстуре прокатки, т. е. 32% компонентов текстуры с ориентировкой между В и S и 16,8% – в направлении нормали кубической компоненты.

Однофазные алюминиевые сплавы

В холоднокатаном высокочистом алюминии после отжига формируется текстура куба, которая характерна для материалов со средними и высокими значениями ЭДУ.

Присутствие магния в твердом растворе снижает склонность к возврату, повышает прочность сплава и ведет к формированию полос сдвига в ходе холодной прокатки. При отжиге рекристаллизация

начинается на полосах сдвига, и формируются такие компоненты текстуры как $\{011\}\langle 100\rangle$ (*Goss*), $\{011\}\langle 122\rangle$ (*P*), $\{013\}\langle 231\rangle$ (*Q*). Известно, что полосы сдвига подавляют формирование кубической текстуры.

Так как небольшое количество элементов, такие как железо и кремний, которые присутствуют в алюминии промышленной чистоты, приводят к образованию частиц второй фазы либо до, либо во время рекристаллизации, почти все промышленные алюминиевые сплавы являются многофазными, и поэтому количество исследований истинно однофазных алюминиевых сплавов очень немногих.

Волокнистые текстуры

Текстуры рекристаллизации проволок из медных и других сплавов имеют волокнистые текстуры, подобные соответствующим текстурам деформации. В случае меди низкотемпературный отжиг проволок приводит к формированию волокнистой текстуры типа $\langle 100\rangle$ или $\langle 112\rangle$, но высокотемпературный отжиг приводит к смешанным типам текстур: $\langle 111\rangle - \langle 112\rangle$.

Текстуры рекристаллизации в ОЦК металлах

Листы отожженных низкоуглеродистых сталей имеют важное промышленное значение, поэтому оптимизация их свойств представляет интерес. Текстура, размер зерен, химический состав, дисперсность вторых фаз и обработка на каждой стадии важны для формирования свойств.

Текстура прокатки железа и углеродистых сталей содержит две возможные ориентировки. Одна из них дополняет волокнистую текстуру с осью $\langle 111\rangle$, параллельной нормали к поверхности листа; главными компонентами в этой текстуре являются $\langle 110\rangle$, $\langle 112\rangle$, $\langle 123\rangle$, параллельные направлению прокатки. Вторая является частично волокнистой с осью $\langle 110\rangle$, параллельной направлению прокатки и максимум интенсивности у компонент $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 110\rangle$. Наиболее заметные изменения во время отжига – усиление интенсивности компоненты $\{110\}$, сопровождающееся уменьшением интенсивности по направлениям $\{111\}$. Также очевидно, что эволюция текстуры не прекращается с завершением рекристаллизации, а продолжается и во время роста зерен.

Детальные исследования текстуры армко-Fe и стали показали, что полюсные фигуры прокатанного на 80% и отожженного при 700°C материала подобны текстуры прокатки (см. гл. 1), и текстура рекристаллизации может быть описана α и γ волокнами, имеющимися ранее в текстуре прокатки.

Главным эффектом рекристаллизации является уменьшение интенсивности α волокон, интенсивность γ волокон практически неизменна.

Имеется существенное различие в текстурах рекристаллизации ГЦК и ОЦК металлов. Текстуры прокатки обоих являются рельефной волокнистой, и в ОЦК металлах эти волокнистые компоненты сохраняются в текстуре рекристаллизации. Напротив, текстура рекристаллизации ГЦК металлов содержит индивидуальные пики компонент, которые не всегда рельефны в текстурах прокатки.

Текстуры рекристаллизации в ГП металлах

Ранние исследования текстур рекристаллизации в ГП металлах показывали, что текстура прокатки сохраняется. Поздние исследования титана (1988) показали, что основной компонентой после отжига в α области является $(02\bar{2}5)[2\bar{1}0]$, не соответствует прокатке или отжигу. Эта ориентировка относится к основной компоненте текстуры прокатки $(\bar{1}2\bar{1}4)[10\bar{1}0]$ с поворотом направления $[0001]$ на 30°. Однако интенсивность максимума существенно увеличивается с уменьшением обжатия или увеличением температуры отжига. При отжиге при температуре 1000°C, т. е. в β области, текстура изменяется, что является результатом фазового превращения.

Контрольные вопросы

1. Что означает первичная рекристаллизация и в чем ее суть?
2. Какие параметры характеризуют первичную рекристаллизацию?
3. В каких участках структуры образуются зародыши и почему?
4. Каков механизм роста зародышей?
5. От каких факторов зависит скорость рекристаллизации?
6. Можно ли предсказать параметры рекристаллизованной структуры? От каких факторов они зависят?
7. Возможна ли рекристаллизация без образования зародышей?

ГЛАВА VI. РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ В ДВУХФАЗНЫХ СПЛАВАХ

Большинство промышленно важных сплавов содержат более одной фазы, и знание рекристаллизационного поведения двухфазных материалов имеет как научное, так и практическое значение.

Вторая фаза может быть в форме дисперсных частиц, которые имелись в структуре во время деформации или, если матрица пересыщена, частицы могут выделиться в ходе теплой деформации или последующего отжига. Кроме того, промышленные сплавы, которые обычно содержат значительно меньше 5% объемной доли второй фазы, можно отнести к *матричным металлическим композитам*. Если объемные доли двух фаз близки, сплавы можно отнести к *дуплексным*.

Частицы могут влиять на рекристаллизацию тремя способами:

1. Запасенная энергия, следовательно, движущая сила рекристаллизации может увеличиваться.
2. Крупные частицы могут выступать как места зарождения.
3. Частицы, в частности, если межчастичное расстояние мало, могут усиливать эффект торможения (пиннинг) как малоугловых, так и высокоугловых границ.

Первые два эффекта способствуют рекристаллизации, тогда как последний тормозит ее. Следовательно, кинетика рекристаллизации, конечный размер зерен и текстура будут зависеть от того, какой из этих эффектов доминирует. Так как размер, распределение и объемная доля частиц второй фазы в сплаве определяются составом и термомеханической обработкой, частицы второй фазы могут использоваться для контроля микроструктуры и текстуры промышленных сплавов.

6.1. Параметры частиц

Поведение сплава, содержащего частицы второй фазы, при отжиге зависит от ее объемной доли, размера частиц и межчастичного расстояния.

Размер частиц

Все многофазные материалы содержат частицы со спектром размеров и форм. В моделировании влияния частиц часто необходимо упростить ситуацию и принимать, что сферические

частицы размером r распределены равномерно. При сравнении экспериментальных данных с такой моделью обычно используют основное значение диаметра частиц, а для случая несферических, но равноосных частиц, рассчитывается эквивалентный радиус. Для неравноосных частиц используют более чем один параметр, определяющий размер и форму частиц.

Объемная доля

Объемная доля частиц F_V является параметром, который можно определять экспериментально или по фазовой диаграмме. Для случайного распределения частиц значение F_V равно (эквивалентно) объему, занятому частицами в плоском сечении, и линейная доля определяется методом случайной секущей.

Межчастичное расстояние

Для равномерных сферических частиц радиусом r количество частиц на единицу объема (удельный объем) N_V связано с объемной долей соотношением

$$N_V = \frac{3F_V}{4\pi \cdot r^3}. \quad (6.1)$$

Количество частиц пересекающих удельный объем N_S на плоскости – N_V и, следовательно

$$N_S = \frac{3F_V}{2\pi \cdot r^2}. \quad (6.2)$$

Если частицы распределены в объемной сетке, межцентровое расстояние на плоскости равно

$$\lambda = N_S^{-\frac{1}{2}}. \quad (6.3)$$

Для случайного распределения частиц межцентровое расстояние на плоскости равно

$$\Delta_2 = 0,5 N_S^{-\frac{1}{2}}, \quad (6.4)$$

и межцентровое расстояние в объеме равно

$$\Delta_3 = 0,554 N_V^{-\frac{1}{3}}. \quad (6.5)$$

Распределение частиц

Пространственное распределение частиц, т. е. является ли оно однородным, случайным также имеет значение.

6.2. Деформированная микроструктура

Частицы оказывают большое влияние на микроструктуру, формирующуюся при деформации, и это в свою очередь влияет на рекристаллизационное поведение материала. Имеются три аспекта, которые важны для определения поведения материала во время последующего отжига.

1. **Влияние частиц на общую плотность дислокаций.** Это обеспечивает движущую силу рекристаллизации.

2. **Влияние частиц на неоднородность деформации матрицы.** Это может повлиять на вероятность зарождения и жизнеспособность зародышей.

3. **Особенности деформационной структуры вблизи частиц.** Это определяет, могут ли частицы стимулировать зарождение.

В ходе деформации сплава, содержащего частицы, дислокации изгибаются вокруг частицы (рис. 6.1, а). Для частиц радиусом r и межчастичным расстоянием λ вдоль линии дислокаций, сила торможения у каждой частицы F равна

$$F = \tau b \lambda. \quad (6.6)$$

где τ – приложенное напряжение.

Если прочность частицы меньше F , она деформируется, дислокация приобретает форму петли (рис. 6.1, б), когда приложенное напряжение равно

$$\tau_o = \frac{Gb}{\lambda}, \quad (6.7),$$

которое известно как *напряжение (сила) Орована*.

Затем дислокации образуют *петлю Орована* (рис. 6.1, в). Микрофотография таких петель в никелевом сплаве показана на рис. 6.2. Петля Орована вызывает на частице напряжение сдвига, величина которого примерно равна

$$\tau = \frac{Gb}{2r}. \quad (6.8)$$

Если частицы достаточно прочные, они не деформируются, и результат движения дислокаций матрицы – зарождение дополнительных дислокаций около частицы. Если частица деформируется до или после достижения конфигурации Орована, дополнительные дислокации у частицы не зарождаются.

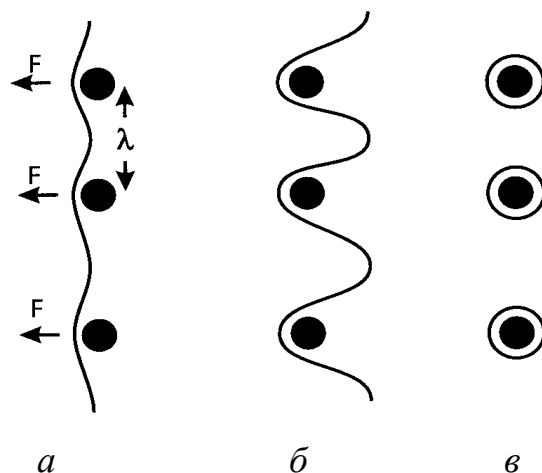


Рис. 6.1. Схема формирования петель Орована у частиц второй фазы

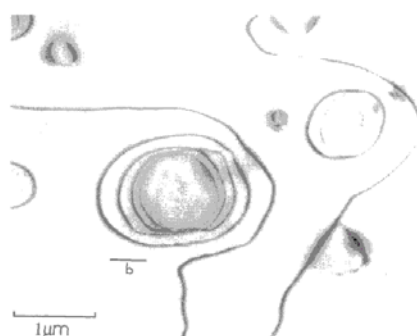


Рис. 6.2. Петли Орована около частиц Ni_3Al в монокристалле сплава Ni-6%Si

6.3. Распределение дислокаций в сплавах, содержащих деформируемые частицы

Если частица деформируется, как показано на рис. 6.3, б, ее размер на плоскости скольжения уменьшается на величину вектора Бюргера дислокации. Так как частицы меньшего размера обычно менее прочные, чем крупные частицы, плоскость скольжения разупрочняется, и следующие дислокации скользят по той же плоскости, таким образом концентрируя скольжение в полосах, как показано на рис. 6.3, г.

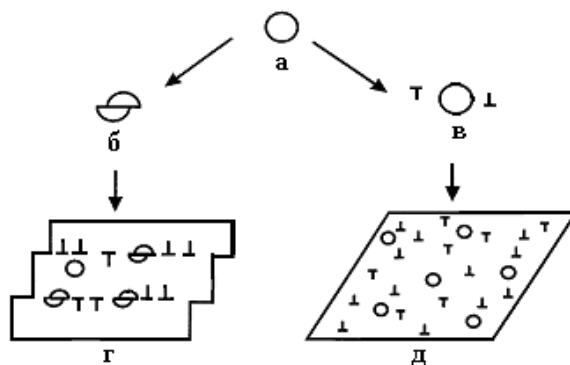


Рис. 6.3. Влияние прочности частиц на распределение скольжения

Напряжения текучести кристалла, содержащего деформируемые частицы, выражают уравнением

$$\tau = C \cdot F_V^{\frac{1}{2}} \cdot d^{\frac{1}{2}} \quad (6.9)$$

где C – константа, зависящая от действующего механизма упрочнения, т. е., когерентные напряжения. Если n дислокаций разрезают частицы, диаметр частицы уменьшается на nb . Напряжение для продолжения деформации становится

$$\tau = CF_V^{\frac{1}{2}} (d - nb)^{\frac{1}{2}} = CF_V^{\frac{1}{2}} \cdot d^{\frac{1}{2}} \cdot \left(1 - \frac{nb}{d}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (6.10)$$

Следовательно, на плоскости скольжения происходит разупрочнение, так что последующее скольжение будет идти по той же плоскости. В случае же недеформируемых частиц части дислокаций, оставленные предыдущими дислокациями (петли Орована) затрудняют скольжение по той же плоскости, что ведет к более однородному скольжению.

Количество дислокаций, посредством которых происходит разупрочнение на плоскости скольжения, является параметром $d\tau/dn$, и дифференцированием уравнения (6.10) получаем

$$\frac{d\tau}{dn} = \frac{-bCF_V^{\frac{1}{2}}}{2d^{\frac{1}{2}}} \cdot \left(1 - \frac{nb}{d}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (6.11)$$

Видно, что тенденция к грубому скольжению увеличивается при наличии прочных частиц, большей объемной доле и большем значении C .

Примерами, когда разрезание частицы приводит к неоднородному скольжению, являются дисперсноупрочненные сплавы Al-Li. Частицы упорядоченной δ' фазы деформируются, приводя к сильной локализации сдвига.

Поскольку форма и размер частицы во время деформации изменяется, распределение скольжения тоже может быть функцией степени деформации. В сталях мелкие пластинчатые частицы цементита приводят к образованию полос сдвига. Однако при больших деформациях полосы расширяются, и скольжение становится гомогенным. В перестаренных Al-Cu сплавах, содержащих частицы θ' фазы, деформация вначале неоднородная, затем частицы измельчаются, образуя мелкие сферические выделения, что приводит к однородному скольжению.

В недостаренных сплавах зоны Гинье-Престона вызывают локализацию скольжения при малых степенях деформации, затем растворяются при больших деформациях, и сплав деформируется как твердый раствор

Следовательно, можно заключить, что распределение скольжения в сплавах, содержащих деформируемые частицы, сложное. Оно может изменяться в ходе деформации, изменения размеров и формы частиц обусловлены деформацией.

6.4. Распределение дислокаций в сплавах, содержащих недеформируемые частицы

Плотность дислокаций

Если деформируемая матрица содержит недеформируемые частицы, между фазами имеет место несовместимость деформации (рис. 6.4).

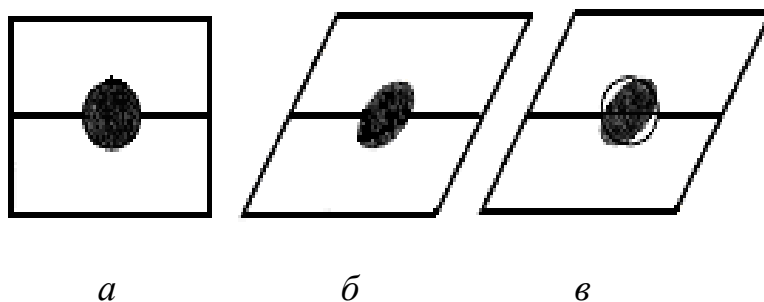


Рис. 6.4. Несовместимость деформации между деформируемой матрицей и недеформируемой частицей

На рис. 6.4, *a* сферическая частица радиусом r находится внутри недеформированной матрицы. При деформации со сдвиговым напряжением τ мягкая частица деформируется (рис. 6.4, *б*). Однако, если частица недеформируемая, возникает локальная несовместимость деформации (рис. 6.4, *в*). Аккомодация деформации у частицы возможна при зарождении дислокаций, и, если межфазная поверхность частица–матрица не упрочнена – формированием пустот. Несовместимость деформации может быть преодолена зарождением n призматических дислокационных петель с вектором Бюргера b и радиусом r , где

$$S = -\frac{nb}{2r} \quad (6.12)$$

Длина дислокаций, приходящаяся на одну частицу равна

$$L = \frac{4\pi \cdot r^2 S}{b}, \quad (6.13),$$

а плотность дислокаций ρ_G будет $N_V L$. Принимая N_V , как в уравнении (6.1),

$$\rho_G = \frac{3F_V S}{rb}, \quad (6.14)$$

которые называются *геометрически необходимые дислокации*.

Общая плотность дислокаций в материале приблизительно равна $\rho_G + \rho_S$, где ρ_S – плотность дислокаций в однофазной матрице. Так как количество дислокаций уменьшается при возврате после деформации, это верхний предел плотности дислокаций. На рис. 6.5 показана расчетная плотность дислокаций $\rho_G + \rho_S$, зародившихся в матрице с размером зерен 100 мкм, как функция степени деформации и количества частиц, влияние возврата не учитывается. Видно, что в монокристаллах, содержащих частицы, или слабдеформированных поликристаллах плотность дислокаций при малых степенях деформации значительно больше, чем в однофазных материалах такого же состава. В монокристалле меди, ориентированном для одиночного скольжения, содержащем частицы алюминия, плотность дислокаций близка к значениям, которые предсказаны уравнением (6.14) (рис. 6.6).

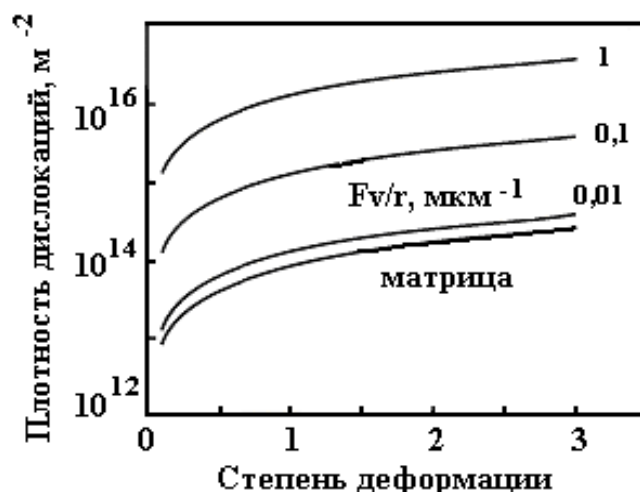


Рис. 6.5. Расчетная плотность дислокаций в сплавах, содержащих частицы

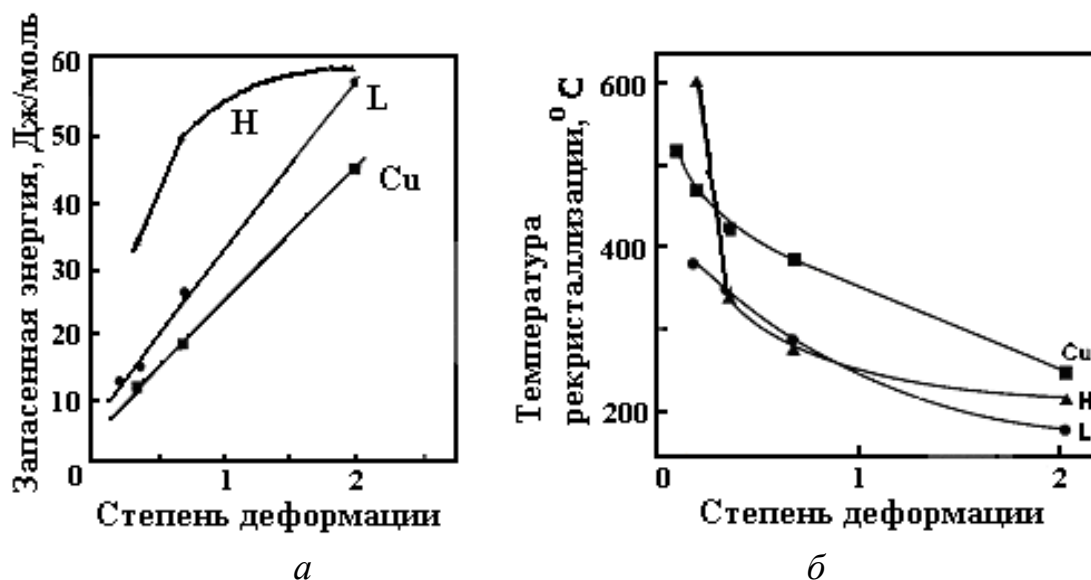


Рис. 6.6. Запасенная энергия пластической деформации (а) и температура рекристаллизации (б) чистой меди и сплава Cu-Al₂O₃. Размер частиц $d=46$ нм, $Fv=1.5 \times 10^{-2}$ (кривая H) и $d=38$ нм, $Fv=4 \times 10^{-3}$ (кривая L)

Однако анализ результатов, полученных на поликристалле меди, содержащей оксидные частицы, показывает, что плотность дислокаций при деформации растяжением до $e=0.08$ в 50 раз меньше, чем расчетные значения. Нет достоверных данных и для больших степеней деформации.

Например, запасенная энергия в сплаве Al-Mg-Si, деформированном до $e=0,1$ в 10 раз больше, чем в чистом алюминии. Эксперименты Бейкера и Мартина показывают, что запасенная энергия в сплавах, содержащих частицы, увеличивается с увеличением степени деформации в соответствии с уравнением (6.14) (рис. 6.6, а) при малых степенях деформации, с насыщением при $e \sim 1$. Другие эксперименты (например, Бека и Эшби) на дисперсионно упрочненных медных сплавах, деформированных до больших степеней, показали, что запасенная энергия незначительно выше, чем в чистой меди.

Так как плотность дислокаций в общем случае напрямую зависит от напряжений течения, изменение количества дислокаций при деформации может вытекать из поведения кривых «напряжение–деформация». Эксперименты показывают, что деформационное упрочнение двухфазных сплавов, изначально высокое, часто уменьшается до значений, сравнимых с однофазными сплавами после деформации $e \sim 0,05$ в медных сплавах, в сталях, алюминиевых сплавах.

Расчетная плотность дислокаций в уравнении (6.14) и на рис. 6.5 получены только для очень малых степеней деформации. При больших степенях деформации, которые обычно необходимы для рекристаллизации, динамический возврат может уменьшать плотность дислокаций до значений, несколько больших, чем в однофазных сплавах.

6.5. Торможение частицами во время рекристаллизации (Зинеровское торможение)

Зарождение

В главе 4 рассмотрены способы, которыми частицы могут тормозить возврат, и показано влияние частиц при равных значениях межчастичного расстояния, размера субзерен и ячеек. Поскольку зарождение рекристаллизации возникает через возврат, ясно, что частицы могут подавлять зарождение. Количественных данных о местах зарождения рекристаллизации в однофазных сплавах очень мало, поэтому трудно построить удовлетворительную модель влияния частиц на зарождение рекристаллизации в сплавах, содержащих только частицы малых размеров.

Влияние частиц на зарождение рекристаллизации может рассматриваться в терминах *ограниченный частицами размер субзерен*. Если этот параметр достаточно мал для предотвращения роста субзерен до размеров, когда формируются высокоугловые границы, зарождение будет подавлено.

Если зарождение происходит в зоне градиента разориентировок Ω , рост субзерен, необходимый для формирования ВУГ с разориентировкой θ_m будет $\sim \theta_m / \Omega$. Критерий для подавления зарождения будет в первом приближении

$$D_{\text{lim}} < \frac{\theta_m}{\Omega}. \quad (6.15)$$

где, D_{lim} будет выражаться уравнением $D_z = \frac{4\alpha r}{3F_v}$ для объемной доли

частиц менее $\sim 0,05$, и уравнением $D_{zc} = D_c - N_v \cdot r^{-1/3} = \frac{\beta \cdot r}{3F_v^{-1/3}}$ для

большой объемной доли частиц.

Следовательно, критерий торможения будет

$$\frac{F_V}{r} > \frac{4\alpha\Omega}{3\theta_m} \text{ для } F_V < 0,05; \quad (6.16)$$

$$\frac{F_V^{\frac{1}{3}}}{r} > \frac{\beta \cdot \Omega}{\theta_m} \text{ для } F_V > 0,05. \quad (6.17)$$

Для сплавов, содержащих частицы с малой объемной долей, принимая $\alpha=0,35$, $\beta=3$, $\theta_m=15^\circ$ и $\Omega = 5^\circ \text{мкм}^{-1}$, зарождение будет подавляться $F_V/r > 0,15 \text{мкм}^{-1}$. Это согласуется с экспериментальными наблюдениями. Градиент ориентировки увеличивается с увеличением степени деформации, следовательно, можно ожидать, что критические значения F_V/r или $F_V^{-1/3}/r$, необходимые для подавления рекристаллизации увеличиваются с увеличением степени деформации.

Рост

В ходе первичной рекристаллизации в сплаве, содержащем частицы, на растущее зерно действуют две противоположные силы: движущая сила роста (P_D) и сила Зинеровского торможения (P_Z) от частиц. На ранних стадиях роста следует также принимать во внимание тормозящую силу от кривизны границ (P_C). Результирующая движущая сила рекристаллизации

$$P = P_D - P_Z - P_C = \frac{\alpha \cdot \rho \cdot G \cdot b^2}{2} - \frac{3F_V \cdot \gamma_{ГР}}{d} - \frac{2\gamma_{ГР}}{R}. \quad (6.18)$$

Рекристаллизованные зерна не будут расти, пока движущая сила P положительна, и можно ожидать, что рост будет подавлен, когда значения F_V/r больше, чем критические, т. е. при малых степенях деформации. Качественно это согласуется с экспериментальными данными: сплавы, в которых F_V/r больше, рекристаллизуются медленнее, чем матрица, свободная от частиц. Переход от торможения к ускорению происходит, когда превышена критическая степень деформации.

Экспериментальные работы Бейкера и Мартина, Чана и Хамфри показывают, что сила Зинеровского торможения слишком мала, чтобы учитывать ее в торможении роста. Однако значения F_V/r в этих исследованиях изменялась от 0.2 до 0.6 мкм^{-1} , что соответствует подавлению зарождения частицами.

Можно заключить, что Зинеровское торможение играет главную роль в торможении первичной рекристаллизации и может влиять как на зарождение, так и на рост зерен. Теория и эксперимент предполагают, что критическим параметром в определении кинетики рекристаллизации является F_V^n/r , где $1/3 < n < 1$, хотя требуются дальнейшие исследования в этой области.

6.6. Бимодальное распределение частиц

Большинство промышленных сплавов содержат крупные (>1 мкм) частицы, которые играют роль мест зарождения, и мелкие частицы, расположенные достаточно близко друг от друга и задерживающие мигрирующие границы. В этой ситуации движущая сила P_D компенсируется Зинеровской силой P_Z , и критический размер частицы для роста зародыша

$$d = \frac{4\gamma_{GP}}{P_D - P_Z} = \frac{4\gamma_{GP}}{\frac{\rho \cdot G \cdot b^2}{2} - \frac{3F_V \cdot \gamma}{2r}}, \quad (6.19)$$

где F_V и r относятся к мелким частицам.

Следовательно, когда Зинеровская сила увеличивается, критический размер частиц для зарождения также увеличивается. В реальном сплаве с бимодальным распределением частиц это означает, что меньшее количество частиц выступают как места зарождения и что размер рекристаллизованных зерен увеличивается.

Количество частиц, способных выступить как места зарождения N_d , является количество частиц диаметром более d . Если пренебречь другими местами зарождения, и если принять *насыщенное зарождение*, размер зерен (D_N) будет приближенно

$$D_N = N_d^{-1/3}. \quad (6.20).$$

Кинетика рекристаллизации в бимодальных сплавах, в которых имеет место значительная сила Зинеровского торможения, часто похожа на кинетику в сплаве с только мелкими частицами. Ряд экспериментальных работ (Хансена и Беу, Чан и Хамфри) обнаружили так называемую *островковую* структуру, в которой мелкие изолированные зерна, выросшие из небольшого количества мелких зародышей, были поглощены более быстро растущими зернами.

6.7. Контроль размера зерен частицами

Торможение миграции границ частицами может быть использовано для контроля размера зерен и текстуры сплавов. Это особенно важно для многих сталей, алюминиевых сплавов, применяемых для производства банок, сверхпластичных сплавов.

В модели, предложенной и развитой Несом, Виртом, Аустеном, Хатчисоном, главным параметром, определяющим размер зерен после отжига в сплавах, содержащих частицы радиусом r и с объемной долей F_V , является отношение F_V/r . Так как оно влияет на Зинеровское торможение, количество способных к росту зародышей и размер зерен D_{lim} . На рис. 6.7 показана зависимость размера рекристаллизованных зерен от параметра F_V/r .

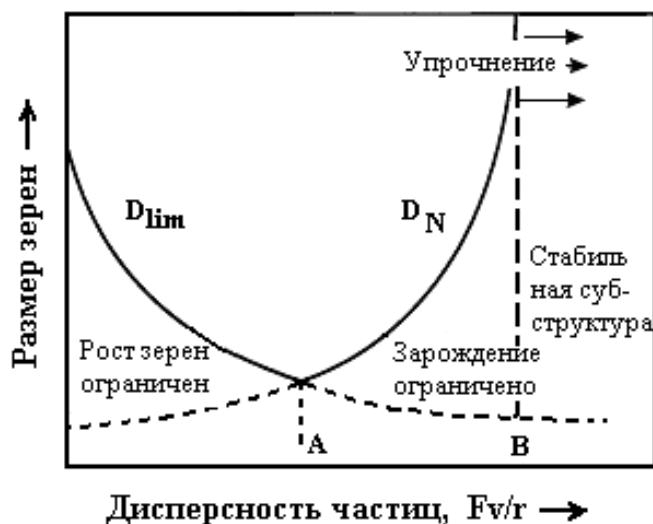


Рис. 6.7. Влияние параметров частиц на размер рекристаллизованных зерен

Кривая D_N соответствует размеру зерен после первичной рекристаллизации путем стимулированного частицами зарождения. Количество зародышей, способных к росту, увеличивается с увеличением F_V/r . При некотором значении ($F_V/r = B$), количество зародышей практически равно нулю, и рекристаллизации нет. Кривая D_{lim} соответствует размеру зерен, при котором нормальный рост прекращается. В точке $F_V/r = A$ размеры зерен равны $D_{lim} = D_N$.

Необходимо отметить три важных случая:

1. $F_V/r < A$: в этом случае размер зерен после первичной рекристаллизации определяется количеством вероятных мест зарождения, и если это количество большое, размер зерен будет мал. Однако зерна нестабильны, и при достаточно высокой температуре будут расти. Тогда минимальный размер зерен достигается при $F_V/r = A$.

2. $A < F_V/r < B$: в этом случае материал рекристаллизуется до размера зерен (D_N), определяемый количеством зародышей. Это выше значения D_{lim} , следовательно, нормального роста зерен не будет. Если размер рекристаллизованных зерен мал, но микроструктура неоднородная, тогда подавление нормального роста зерен может сделать материал уязвимым к аномальному росту зерен при высоких температурах.
3. $F_V/r > B$: в этом случае Зинеровское торможение недостаточно эффективно для подавления прерывистой рекристаллизации, и частицы стабилизируют деформированную или полигонизованную структуру.

Таким образом, оптимальным значением для получения мелкозернистой стабильной структуры является $F_V/r=A$. Параметром, влияющим на величину D_N , следовательно, критическим значением F_V/r является запасенная энергия пластической деформации, которая для низких температур деформации в первую очередь является функцией степени деформации. Стрелки на рис. 6.7. показывают влияние степени деформации на переход от одного режима к другому.

6.8. Композиты металл-матрица

Композиты металл-матрица (КММ), такие как алюминиевые сплавы, содержащие до $\sim 20\%$ керамических частиц, являются структурными материалами для автомобильной и аэрокосмической промышленности, сочетающими высокую прочность и жесткость с низкой плотностью. Они подвергаются такой же обработке, как и промышленные сплавы, и поэтому их поведение при рекристаллизации представляет значительный интерес.

В этих материалах наблюдается необычная ситуация – большая объемная доля частиц достаточно крупного размера (обычно 3–10 мкм). Поэтому частицы играют важную роль в контроле размера зерен путем *стимулированного частицами зарождения*. Если каждая частица является зародышем одного зерна, то зависимость размера зерен от размера частицы и объемной доли будет, как показано на рис. 6.8. Видно, что в этих материалах можно получать очень малый размер зерен.

Кинетика рекристаллизации в КММ обычно очень быстрая по сравнению с неупрочненной матрицей. Ее причина – комбинация большой движущей силы из-за большого количества геометрически необходимых дислокаций и большое количество мест зарождения.

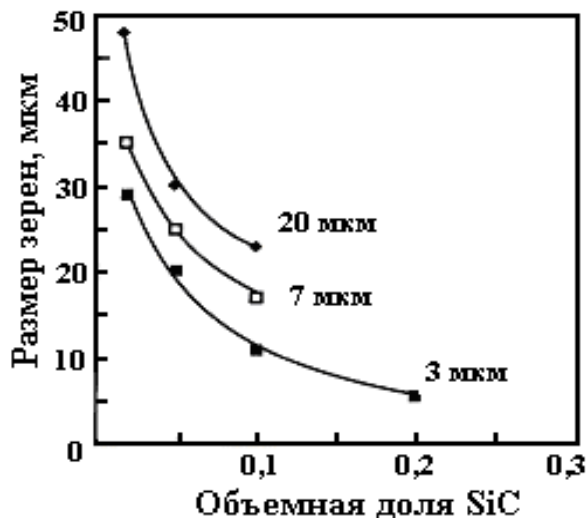


Рис. 6.8. Зависимость размера рекристаллизованных зерен от объемной доли частиц в композите Al–SiC после холодной прокатки на 80% и отжига при 600 °С

В алюминиевых композитах, полученных порошковой металлургией, вдобавок к крупным керамическим частицам имеются мелкие (100 нм) неравномерно распределенные частицы оксидов. Здесь несколько предсказуемых, но важных эффектов:

- 1) кинетика рекристаллизации замедлена Зинеровским торможением;
- 2) размер рекристаллизованных зерен больше, чем предсказанный уравнением $D = dF_V^{-1/3}$ для стимулированного частицами зарождения (D – размер зерен, d – размер частиц);
- 3) формируются удлиненные зерна и субзерна.

6.9. Взаимодействие выделения частиц и рекристаллизации

При деформации и отжиге пересыщенного твердого раствора процессы распада ТР и рекристаллизации могут идти параллельно и влиять друг на друга. Выделение частиц на ВУГ и МУГ задерживает возврат и рекристаллизацию, и сами дислокации будут способствовать неоднородному зарождению частиц. На рис. 6.10 показаны области рекристаллизации в координатах температура – время. Температура T_1 ограничивает область ТР, выше ее частицы не выделяются. В отсутствии выделения частиц рекристаллизация будет по линии AC . Кривая BD показывает рекристаллизацию в присутствии частиц. Точечные кривые

показывают выделение в недеформированной и деформированной структуре. Действительное рекристаллизационное поведение показано жирной линией ABD , где можно отметить 3 области:

- I. $T > T_1$: выделение частиц невозможно, рекристаллизация подобна твердым растворам.
- II. $T_1 > T > T_2$: рекристаллизация начинается до выделения частиц, следовательно, рекристаллизационное поведение также подобно твердым растворам.
- III. $T < T_2$: выделение частиц происходит до рекристаллизации. Частицы контролируют скорость возврата. Вероятна рекристаллизация. В некоторых случаях может иметь место прерывистое выделение на мигрирующих высокоугловых границах.

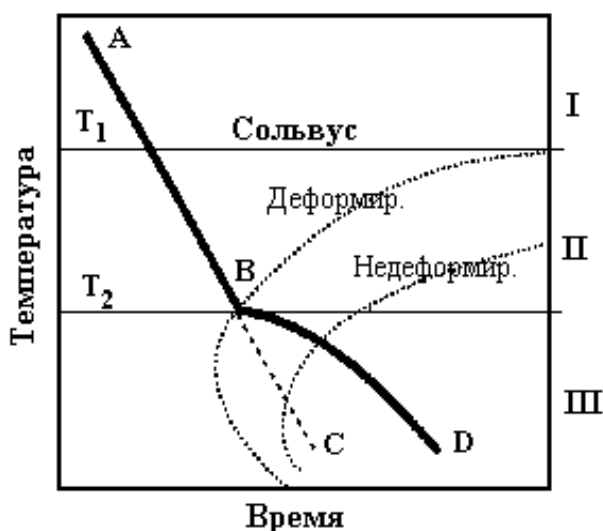


Рис. 6.10. Взаимодействие между рекристаллизацией и выделением частиц

6.10. Рекристаллизация в дулексных сплавах

Многие промышленные сплавы имеют две фазы с равными объемными долями (дулексные сплавы). Примеры таких сплавов: α/β латуни и бронзы, α/γ стали, α/β титановые сплавы. Фазовые превращения и рекристаллизация, которые происходят во время термомеханической обработки дулексного сплава, могут быть использованы для измельчения структуры. В этом разделе мы рассмотрим рекристаллизацию в дулексных сплавах после низкотемпературной деформации.

α/β латуни (т. е. 60:40 латунь) являются примером рекристаллизации в крупнозернистых дулексных микроструктурах.

Равновесные микроструктуры

Простейшим случаем является, когда материал отжигают при тех же температурах, при которых проводился равновесный отжиг до деформации. Если объемные доли фаз равны, фазы обычно подвергаются одинаковой деформации. Однако, если одна из фаз непрерывная, парциальная деформация фаз зависит от размера и прочности фаз, что повлияет и на рекристаллизацию. Обычно считается, что фазы рекристаллизуются независимо друг от друга.

В дулексных α/β латунях микроструктура состоит из равноосных зерен ГЦК α -латуни с низкой ЭДУ и зерен упорядоченной ОЦК (В2) β -фазы. Поведение латуни при отжиге после прокатки с обжатием $<40\%$ схематически показано на рис. 6.11. В β -фазе легко происходит возврат и формируются субзерна, тогда как в α -фазе с низкой ЭДУ протекает слабый возврат и быстрая рекристаллизация, зарождение наблюдается главным образом на межфазных границах. β -фаза рекристаллизуется дольше, хотя при малых степенях деформации может протекать *развитый возврат*. На кинетику рекристаллизации в β -фазе также оказывает влияние упорядочение.

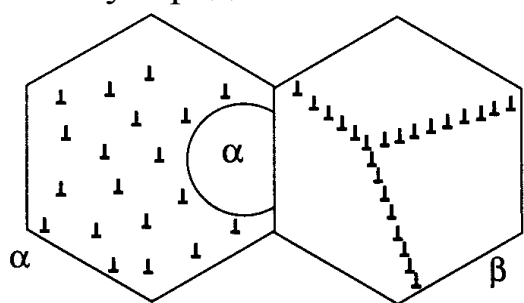


Рис. 6.11. Рекристаллизация в α/β латунях после деформации с малыми степенями

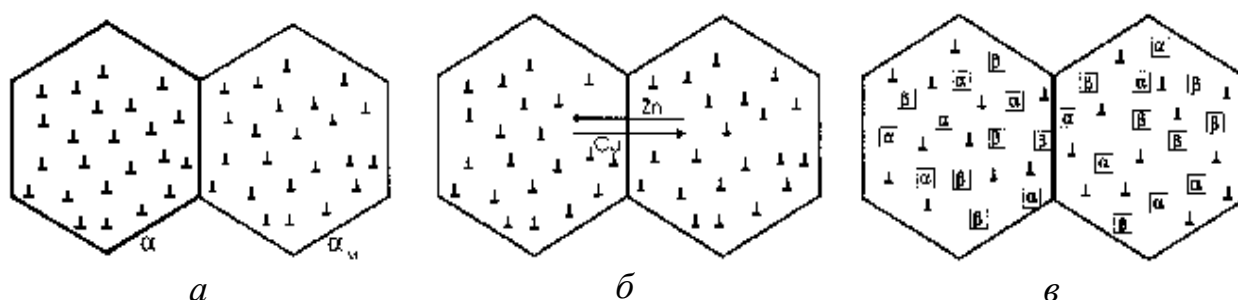


Рис. 6.12. Рекристаллизация в α/β латунях после больших степеней деформации:

a – в β -фазе протекает мартенситное превращение в α -фазу,

б – межфазная диффузия, *в* – рекристаллизация и выделение частиц в обеих фазах

Во время деформации латуни Cu-42 % Zn (более 70 %) в β -фазе протекает фазовое превращение по мартенситному типу в искаженную ОЦК (α_M)-фазу (рис. 6.12, *а*). При отжиге протекает диффузия между фазами (рис. 6.12, *б*), выравнивающая составы фаз, а также рекристаллизация и выделение частиц во всех зернах (рис. 6.12, *в*), приводящая к формированию мелкозернистой дуплексной структуре (*микродуплекс*).

Неравновесные структуры

Если отжиг проводится при температуре, отличающейся от температуры стабилизации сплава, во время отжига будет протекать фазовое превращение, и возможно сложное взаимодействие между выделением частиц и рекристаллизацией. Применение комбинации рекристаллизации и фазового превращения для управления микроструктурой в дуплексных сплавах рассматривали многие исследователи (Хорнбоген и Костер для медных и железных сплавов, Вильямс для титановых сплавов и др.). Принцип управления структурой рассматривается на примере α/β латуни (рис. 6.13).

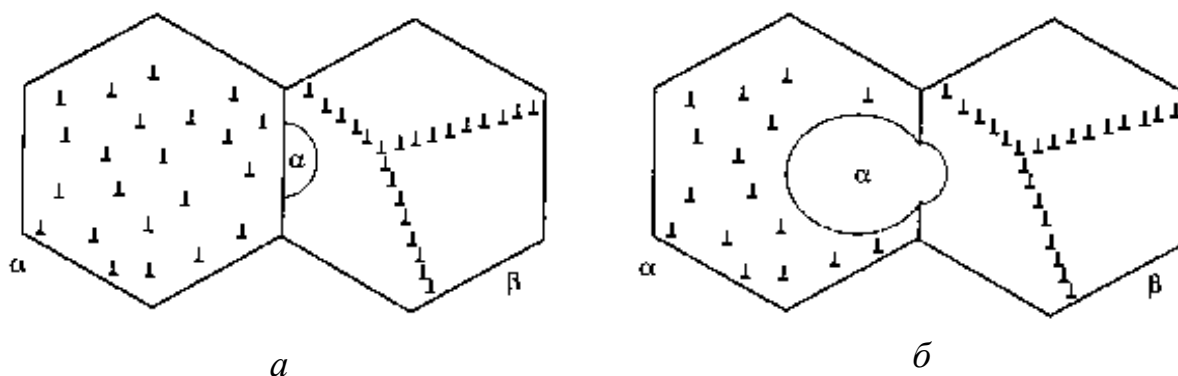


Рис. 6.13. Рекристаллизация в α/β латуни при температуре, отличающейся от температуры стабилизации:

а – объемная доля β уменьшается ростом α зерен в β -зерна, *б* – новая α область зарождает рекристаллизацию в α -зернах

Необходимые фазовые изменения могут происходить миграцией исходных межфазных границ или выделением внутри фазы, объем которой уменьшается. Например, на рис. 6.13, *а* β -фаза уменьшается, α зародыш образуется на межфазной границе и растет в деформированную β -фазу. Эти зерна последовательно действуют как зародыш рекристаллизации и расходуют деформированные α зерна (рис. 6.13, *б*). Если движущая сила увеличивается, может происходить неоднородное зарождение α зародыша внутри β зерен.

6.11. Текстуры рекристаллизации в многофазных сплавах

Частицы влияют на текстуру рекристаллизации двояко:

1. Как было показано в гл. 5, крупные (>1 мкм) частицы, которые имелись в структуре перед отжигом, способствуют образованию зародышей рекристаллизации, а участки деформированной структуры с большими разориентировками приводят к широкому спектру разориентировок зародышей.

2. Если имеются дисперсные частицы, расположенные близко, они оказывают Зинеровское торможение мало- и высокоугловых границ, влияя не только на кинетику рекристаллизации, но и на конечный размер зерен и текстуру.

Влияние частиц на текстуры рекристаллизации некоторых материалов показано в табл. 6.1.

Таблица 6.1

Основные компоненты текстур рекристаллизации сплавов с частицами второй фазы (Хамфри, Джонсен, 1986)

Материал, степень обжатия	Частицы		Текстура рекристаллизации
	$F_V \times 100$	Размер, мкм	
Al (99,9965); 90%	0	–	куб
Fe – AlN; 70%	0,06	0,017	Прокатки
Al-Al ₂ O ₃ ; 90%	0.4	0.1	деформации
Cu – SiO ₂ ; 70%	0.5	0.23	Прокатки+двойники
Al – FeSi; 90%	0.5	0.2-7	Куб, прокатки, случайная
Al-Si; 90%	0.8	2	Куб, прокатки, случайная
Al-Ni; 80%	10	1	Прокатки, случайная
Al-SiC, 70%	20	10	Случайная

Контрольные вопросы

1. Какие параметры частиц второй фазы оказывают наибольшее влияние на процесс рекристаллизации?
2. Как влияют на процесс рекристаллизации деформируемые частицы?
3. Как влияют на процесс рекристаллизации недеформируемые частицы?
4. Можно ли регулировать размер рекристаллизованных зерен при помощи частиц второй фазы и как?

ГЛАВА VII. ВОЗВРАТ И РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ВО ВРЕМЯ И ПОСЛЕ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ

Разупрочняющие процессы возврата и рекристаллизации могут происходить во время деформации при повышенных температурах. В этом случае они называются *динамический возврат* (ДВ) и *динамическая рекристаллизация* (ДР), чтобы отличать их от статических процессов при отжиге. Статические и динамические процессы имеют много общих черт, хотя одновременное действие механизмов упрочнения и разупрочнения ведет к некоторым существенным различиям.

ДВ и ДР являются существенной и важной частью горячей деформационной обработки, которая не может быть подробно рассмотрена в пределах данного курса. Некоторые важные аспекты исторического развития и понимания динамического разупрочнения рассматривали МакКвин (1981) и Тегарт (1992).

ДВ и ДР происходят во время операций, как прокатка, экструзия, ковка. Эти процессы снижают напряжения течения материала, облегчая дальнейшую деформацию, и сами в свою очередь влияют на текстуру и размер зерен. ДР может также протекать в процессе ползучести (Джифкинс, 1952), и главным отличием между ползучестью и горячей обработкой является скорость деформации. Горячая деформация обычно проводится при скоростях деформации $1-100 \text{ с}^{-1}$, тогда как скорости при ползучести значительно ниже 10^{-5} с^{-1} . Тем не менее, в обоих типах деформации действуют схожие атомистические механизмы. ДР также наблюдается при деформации минералов.

7.1. Разупрочнение при динамическом возврате

В металлах с высоким значением ЭДУ (алюминий и его сплавы, α -железо, ферритные стали) быстро начинается переползание и поперечное скольжение дислокаций. Следовательно, ДВ будет быстрым и развитым при высоких температурах, и обычно является единственной формой динамического разупрочнения. Кривые «напряжения течения–деформация» характеризуются ростом до плато и установившейся стадией напряжений течения (рис. 7.1).

На начальных стадиях деформации взаимодействие и размножение дислокаций увеличивает напряжения течения. Плотность дислокаций увеличивается, увеличивается и движущая сила возврата, и в этот период формируется микроструктура с малоугловыми границами и субзерна. При определенных степенях деформации скорости упрочнения и возврата достигают динамического равновесия, плотность дислокаций остается постоянным, и наступает установившаяся стадия течения. Во время деформации со скоростями выше 1 с^{-1} теплота, выделенная деформационным разогревом, не может отводиться из образца, и температура образца повышается. Это также может снизить напряжения течения. Такие эффекты должны учитываться в расчетах.

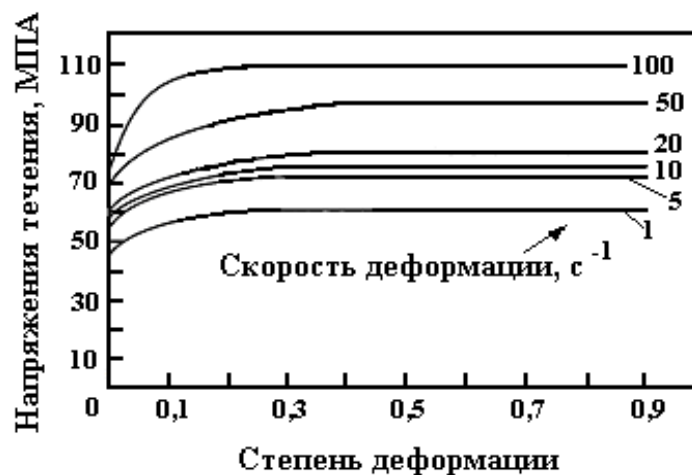


Рис. 7.1. Кривые напряжения течения–деформация Al–1%Mg сплава при температуре 400 °С

Определяющие соотношения

При температурах, когда начинается термически активированная деформация и разупрочнение, эволюция микроструктуры зависит от температуры T и скорости $\dot{\epsilon}$ деформации, а также степени деформации e . Скорость деформации и температуру часто объединяют в единый параметр – *параметр Зинера-Холломона* (Z), который равен:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (7.1)$$

где Q – энергия активации.

Для моделирования или анализа операций обработки необходимо алгебраически выразить связь между напряжением

течения, температурой, скоростью и степенью деформации. Эти параметры могут выражаться простым эмпирическим уравнением (Джонас, 1969, Фрост и Эшби, 1982). На установившейся стадии деформации связь между напряжением течения σ и параметром Z выражается как

$$Z = C_1 \sinh(C_2 \sigma)^n. \quad (7.2)$$

где C_1 и C_2 – константы.

При малых значениях σ

$$\dot{\varepsilon} = C_3 \cdot \sigma^m \cdot \exp\left(\frac{Q_1}{RT}\right). \quad (7.3)$$

где C_3 , m и Q_1 – константы.

При высоких значениях σ

$$Z = 0,5 \cdot n \cdot C_1 \cdot \exp(nC_2 \sigma) = C_4 \cdot \exp(C_5 \sigma). \quad (7.4)$$

Таким образом, параметр Z напрямую связан с напряжением течения σ , следовательно, с плотностью дислокаций. Параметр Зинера-Холломона удобен для рассмотрения процессов горячей обработки, где температура, скорость деформации известны, а напряжения течения легко определяются.

Формирование структуры

Основной механизм ДВ – переползание и поперечное скольжение дислокаций, приводит к формированию МУГ, как и при статическом возврате. Однако приложенные напряжения вызывают дополнительную движущую силу миграции малоугловых границ в противоположном направлении. Это приводит некоторой аннигиляции дислокаций в противоположной границе и в тройных стыках. Поэтому субзерна остаются почти равноосными во время деформации. Имеет место некоторый рост субзерен, а внутри субзерен процессы упрочнения и возврата ведут к непрерывному формированию МУГ и постоянной плотности свободных дислокаций. После деформации 0,5...1 субзеренная структура достигает установившейся стадии. В некоторых случаях, например, в чистом алюминии, разориентировка между субзернами остается постоянным (несколько градусов) на установившейся стадии. Однако в других материалах не установлено, достигает ли разориентировка насыщения или растет с увеличением степени деформации. Изменения микроструктуры во время ДВ схематически показаны на рис. 7.2.

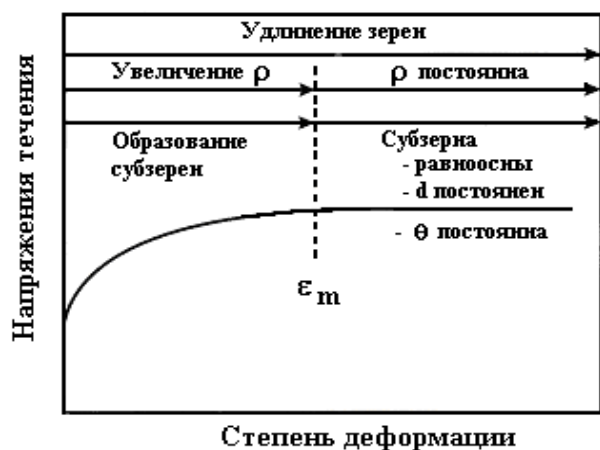


Рис. 7.2. Схема микроструктурных изменений во время динамического возврата

Хотя дислокационная и субзеренная структура часто остаются постоянными на установившейся стадии, исходные границы зерен не мигрируют заметно, и зерна продолжают изменять свою форму в ходе деформации. Хотя напряжения течения выходят на установившуюся стадию, для микроструктуры она не достигается во время возврата. Во время деформации с малыми Z границы зерен локально мигрируют в соответствии с увеличением протяженности границ субструктуры и локальными изменениями дислокационной структуры, и становятся *зубчатыми* (*serrated*) с длиной зубцов, соответствующей размеру субзерен.

Однородность деформации

Микроструктуры, формирующиеся при низкотемпературной деформации, обычно очень неоднородны, и области неоднородности часто являются местами зарождения рекристаллизации. С увеличением температуры деформация становится более однородной, так как увеличивается число действующих систем скольжения. Это имеет значение для неметаллов, некубических металлов, и даже для ГЦК металлов, в которых при высокой температуре может происходить неоктаэдрическое скольжение. Микроструктуры после высокотемпературной деформации (низкие значения Z) часто содержат субзерна, ориентировки которых чередуются вблизи главной ориентировки с небольшим градиентом внутри зерна.

Влияние условий деформации

Механизмы зарождения дислокаций и возврата действуют в широком интервале температур и скоростей деформации. Однако в условиях ползучести могут действовать другие механизмы,

как Херринга-Набарро или Кобла. При низких температурах и высоких скоростях деформации (высокие Z) доминирует упрочняющий фактор (дислокации), а при низких Z доминирует динамический возврат. Следовательно, после горячей деформации микроструктура будет зависеть от степени деформации и параметра Z .

Для сталей и алюминия при высокой температуре напряжения течения и плотность дислокаций внутри субзерен ρ связаны отношением Кастро-Фернандеса

$$\sigma = C_1 + C_2 \cdot G \cdot b \cdot \rho^{\frac{1}{2}}, \quad (7.5)$$

где C_1 и C_2 константы.

Для постоянных напряжений течения (или Z) уравнения (7.5) и (4.30) выражают связь между плотностью дислокаций и размером субзерен в виде

$$\rho^{\frac{1}{2}} = C_3 \cdot D^{-1}. \quad (7.6)$$

Такое соотношение получено в теоретических моделях формирования субзерен, а также в экспериментах на алюминии, ферритной стали, где константа C_3 имеет значения между 10 и 20.

7.2. Динамическая рекристаллизация

В материалах с низкой и средней ЭДУ, в которых возврат развивается медленно, с достижением критических условий деформации может начинаться динамическая рекристаллизация (ДР). Упрощенное описание ДР следующее. Новые зерна зарождаются на границах исходных зерен, но поскольку материал продолжает деформироваться, плотность дислокаций увеличивается как в исходных, так и в новых зернах. Зарождение снижает движущую силу для роста зерен, и рекристаллизованные зерна прекращают рост. Дополнительный фактор, который может ограничить рост новых зерен – зарождение следующих новых зерен на мигрирующей границе.

Этот тип ДР называют *прерывистой (discontinuous dynamic recrystallization)*. Имеются и другие механизмы, посредством которых образуются высокоугловые границы в ходе высокотемпературной деформации.

Характеристики ДР

Общие характеристики ДР следующие:

1. Как показано на рис. 7.3, кривые напряжения течения – деформация материала при ДР обычно имеет широкий пик. При низких значениях параметра Z может появиться множество пиков, или *осцилляция напряжения течения*.

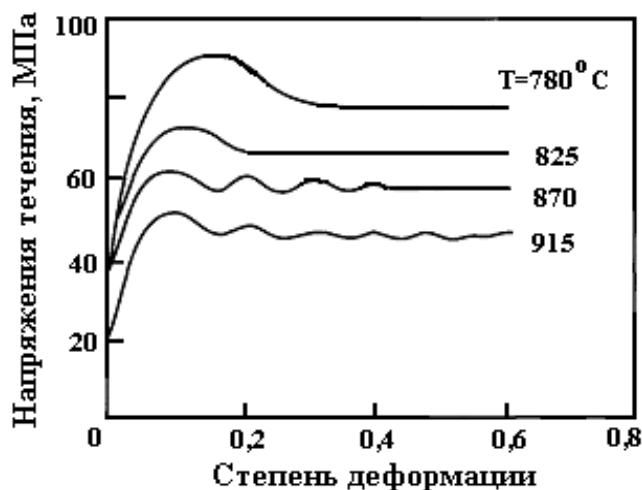


Рис. 7.3. Кривые напряжения течения – деформация стали 0,68% С, деформированной сжатием. Скорость деформации $1,3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

2. Для начала ДР необходима *критическая степень деформации* ε_C . Обычно она наступает до пика $\sigma_{\text{МАХ}}$. Для различных условий испытаний, $\sigma_{\text{МАХ}}$ зависит от Z .

3. Значения ε_C уменьшаются с уменьшением Z .

4. Размер рекристаллизованных зерен D_p монотонно увеличивается с уменьшением напряжений. Зерна не растут, и размер зерен остается постоянным во время деформации.

5. Напряжения течения σ и D_p практически не зависят от исходного размера зерен D_0 , хотя кинетика ДР в образце с меньшим исходным размером зерен ускоряется.

6. ДР обычно начинается на уже существующих границах зерен, хотя при очень малых скоростях деформации и больших размерах исходных зерен может иметь место внутризеренное зарождение

Зарождение динамической рекристаллизации

Зарождение при ДР происходит на ВУ границах. Они могут быть исходными границами, границами динамически рекристаллизованных зерен, или границами деформационного происхождения (полосы деформации, сдвига, переориентации). Выпучивание границ обычно предшествует ДР, и оно принимается как механизм миграции ГЗ, вызванной деформацией.

Предложены несколько механизмов ДР. Условия для роста динамически рекристаллизованного зерна зависят от распределения и плотности дислокаций, которые определяют движущую силу роста.

Мигрирующая граница движется под действием силы $\sim \rho_m Gb^2$ из-за разности плотности дислокаций по разные стороны границы, и результирующая скорость границы равна

$$\frac{dx}{dt} = M \rho_m \cdot Gb^2. \quad (7.7)$$

Если длина пробега дислокаций L , скорость изменения плотности дислокаций за мигрирующей границей ввиду продолжения деформации

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{\varepsilon}{bL}, \quad (7.8)$$

отсюда

$$\frac{d\rho}{dx} = \frac{\varepsilon}{MLGb^2\rho_m}, \quad (7.9)$$

и

$$\frac{d\rho}{dx} = \frac{\varepsilon \cdot x}{MLGb^3\rho_m}. \quad (7.10)$$

Эволюция микроструктуры

ДР обычно начинается на исходных границах, как показано схематически на рис. 7.4, а. Новые зерна последовательно зарождаются на границах растущих зерен (рис. 7.4, б), и формируется «ожерелье» или «мантия» (*neckless*) рекристаллизованных зерен (рис. 7.4, в). Если разница между исходным D_0 и рекристаллизованным D_p размером зерен большая, сначала формируется структура типа «ожерелье», затем материал полностью рекристаллизуется (рис. 7.4, г, д). В отличие от статической рекристаллизации, динамически рекристаллизованный размер зерен не изменяется в ходе рекристаллизации, т. е., он *постоянен для данного значения параметра Z*.

В некоторых случаях эволюция микроструктуры более сложная, чем показано на рис. 7.4, так как ДР может привести к изменению механизма деформации. Например, при ДР формируется очень малый размер зерен, затем последующая деформация может осуществляться

зернограничным проскальзыванием (ЗПП, *grain boundary sliding*). Это может иметь место, если скольжение и переползание дислокаций затруднено, например, в латуни, магнии, где мало систем скольжения, или в дисперсноупрочненной меди, где движение дислокаций тормозится частицами.

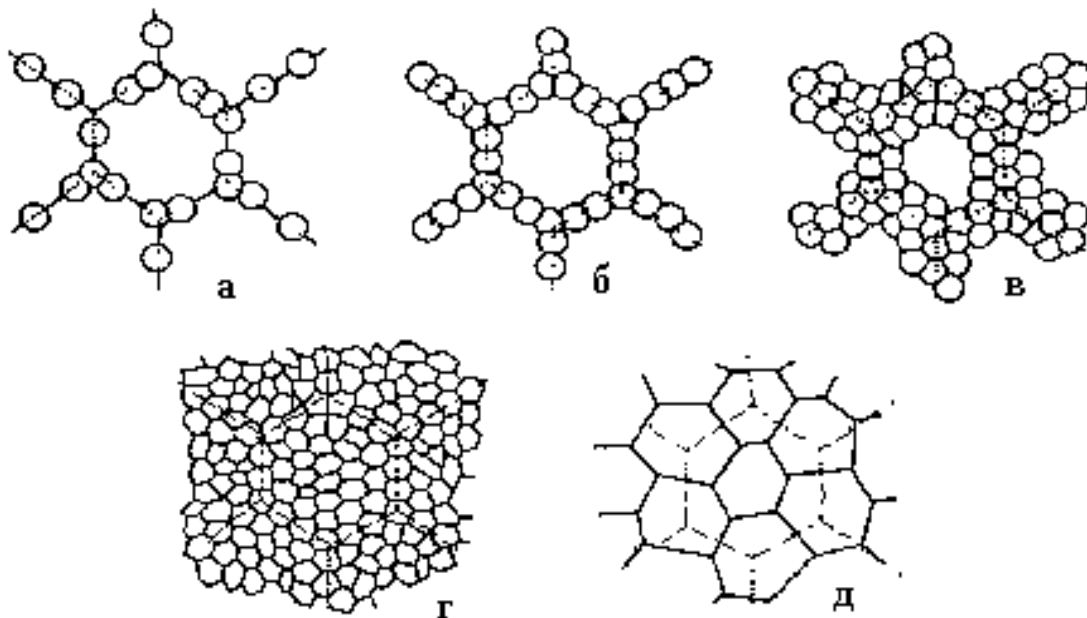


Рис. 7.4. Эволюция структуры в ходе динамической рекристаллизации:
a-г – большой исходный размер зерен, *д* – малый исходный размер зерен

Напряжения течения во время динамической рекристаллизации

Как показано на рис. 7.3, кривые напряжения течения – деформация при ДР характеризуются наличием одного или нескольких пиков. Лютон и Селларс дали объяснение такому механическому поведению материала с позиций кинетики ДР. При малых напряжениях материал рекристаллизуется полностью, прежде чем наступит второй цикл рекристаллизации, затем процесс повторяется. Напряжения течения зависят от плотности дислокаций, следовательно, осциллируют при деформации. При высоких напряжениях последующие циклы рекристаллизации начинаются прежде, чем предыдущий цикл закончится, так что материал всегда остается частично рекристаллизованным после первого пика, и напряжение течения плавно снижается.

Сакай и Джонас предположили, что форма кривых σ – ϵ зависит прежде всего от соотношения исходного и рекристаллизованного размера зерен (D_0/D_p). Если $D_0/D_p > 2$, микроструктура формируется, как показано на рис. 7.4, *a-г*. Если же $D_0/D_p < 2$, новые зерна близки

по размеру к исходным, и рекристаллизация завершается в одном цикле (рис. 7.4, д). Этот полностью рекристаллизованный и разупрочненный материал подвергается дальнейшей деформации и рекристаллизуется вновь. Вид кривой, таким образом, зависит от условий деформации (Z) и исходного размера зерен. Рис. 7.5 иллюстрирует соотношение между этими параметрами.



Рис. 7.5. Условия динамической рекристаллизации с одним пиком и с осцилляцией напряжений течения

7.3. Другие механизмы динамической рекристаллизации

Динамическая рекристаллизация, рассмотренная в разделе 7.2, является нормальной прерывистой ДР, которая происходит, например, в металлах с низкой ЭДУ. Однако в определенных условиях микроструктура с ВУ границами может эволюционировать иначе, чем путем зарождения и роста зерен у исходных границ. Существуют альтернативные механизмы ДР. Такие процессы входят в общую феноменологическую классификацию *непрерывной динамической рекристаллизации*, однако следует отметить, что внутри этой категории имеются несколько различных типов механизмов, которые требуют отдельного рассмотрения.

Геометрическая динамическая рекристаллизация

Во время динамического возврата границы зерен становятся зубчатыми, а размеры зубцов близки к размерам субзерен. Если материал подвергается большим обжатиям (например, прокаткой или осадкой), исходные зерна утоньшаются, размер зубцов становится сравнимым с толщиной зерна, как схематически показано на рис. 7.6. Зубцы (гребешки) противоположных границ

соприкасаются, что приводит к формированию микроструктуры с мелкими равноосными зёрнами. Измерения разориентировок таких зёрен показывает, что значительное количество границ являются малоугловыми, хотя доля высокоугловых границ увеличивается с увеличением степени деформации.

Таким образом, *равноосная микроструктура с ВУ границами формируется без каких-либо новых механизмов рекристаллизации.* Этот процесс заметно отличается от прерывистой ДР. Такая микроструктура формируется в алюминии и его сплавах, деформированных до больших степеней, как показали многочисленные исследования Хамфри, МакКвина, Сольберга и др., и для описания этого типа рекристаллизации используется термин *геометрическая динамическая рекристаллизация.*

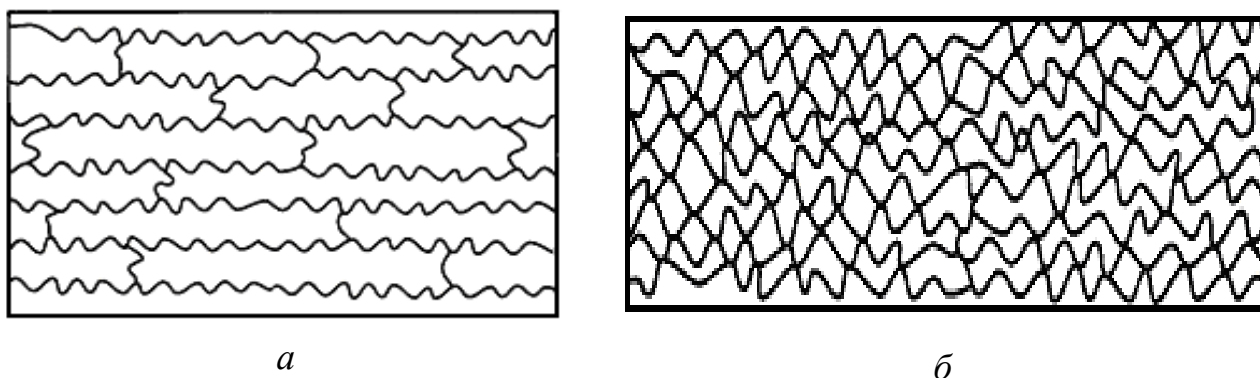


Рис. 7.6. Геометрическая динамическая рекристаллизация:
a – малая степень деформации, *б* – большая степень деформации

Протекание геометрической ДР зависит от исходного размера зёрен D_0 и условий деформации. Если принять, что условием геометрической ДР является то, что смыкание зёрен происходит, когда размер субзёрен D равняется толщине деформированного зёрна, при этом критическая степень деформации равна

$$\varepsilon_c = \ln \cdot \left(\frac{K_1 D_0}{D} \right), \quad (7.11)$$

где K_1 – константа.

Соотношение между напряжением течения и размером субзёрен

$$\varepsilon_c = \ln (\sigma D_0) + K_2 \quad (7.11)$$

или, используя параметр Z ,

$$\varepsilon_c = \ln (Z^{1/m} D_0) + K_3. \quad (7.12).$$

Хотя геометрическая ДР происходит быстрее при низких значениях Z , даже при низких температурах очень большие степени деформации, сопровождаемые динамическим возвратом, могут привести смыканию границ зерен.

ДР с прогрессирующим поворотом решетки

В определенных материалах новые зерна с ВУ границами могут формироваться во время деформации при прогрессирующей ротации субзерен, сопровождающейся небольшой миграцией границ. Это вызванное деформацией явление не следует путать с поворотом субзерен, который происходит при статическом отжиге.

Это явление включает аккомодацию субграниц к исходным границам, которые также поворачиваются в ходе деформации. Исходные зерна увеличивают разориентировку от центра к краю. В центре исходного зерна субзерна могут быть еще не сформированы или могут иметь очень малые разориентировки. Через границу зерна разориентировки увеличиваются, и при больших деформациях могут формироваться ВУ границы. Это явление впервые наблюдали в минералах, поэтому в геологической литературе его называли *рекристаллизацией поворотом (rotation recrystallization)*. Позже ее наблюдали в магнии, в сплавах алюминия (Al-Mg и Al-Zn).

В этом типе ДР хорошо развитая субструктура формируется вдоль границ исходных зерен. В общем случае размер новых зерен ненамного больше, чем размер субзерен. Механизм, посредством которого реализуется ДР поворотом, еще не вполне ясен. Но следует отметить, что она чаще всего происходит в материалах, в которых движение дислокаций тормозится либо отсутствием систем скольжения, либо примесными атомами, что вызвано неоднородной пластичностью и ускоренным динамическим возвратом в приграничных областях. Хотя ДР поворотом приводит к формированию частично рекристаллизованной структуры типа «ожерелье», при больших деформациях может сформироваться полностью рекристаллизованная структура.

7.4. Динамическая рекристаллизация в двухфазных сплавах

В случае, когда сплав содержит мелкодисперсные частицы второй фазы, процесс будет подобен процессу ДР поворотом. Частицы закрепляют субграницы и предотвращают их рост, и в ходе деформации разориентировки увеличиваются. Можно предположить, что этот механизм будет ответственным за формирование мелкозернистых микроструктур в ходе термомеханической обработки сверхпластичных алюминиевых сплавов. Однако такое поведение наблюдается и в сплавах, которые уже подвергались холодной или теплой обработке, и не вполне ясно, является ли такое поведение ДР поворотом, или это другой тип ДР, либо статическая рекристаллизация, инициированная горячей деформацией уже деформированного материала.

7.5. Метадинамическая рекристаллизация

Когда степень деформации больше критической ϵ_c , в материале уже присутствуют зародыши рекристаллизации. Если деформация приостановлена или прекращена, но отжиг продолжается (или температура поддерживается), эти зародыши будут расти без инкубационного периода в неоднородную, частично рекристаллизованную матрицу. Это явление известно как *метадинамическая рекристаллизация*. Микроструктура материала после частичной ДР очень неоднородна и содержит:

1 – мелкие динамически рекристаллизованные зерна, которые почти свободны от дислокаций;

2 – крупные динамически рекристаллизованные зерна со средней плотностью дислокаций;

3 – нерекристаллизованные области с высокой плотностью дислокаций.

Каждая из этих областей будет демонстрировать различное поведение при статическом отжиге, и общая кинетика и распределение размеров зерен могут быть весьма сложными. Сакай и соавторы выделили несколько стадий отжига в горячедеформированном никеле:

– области 1 могут продолжать рост зерен во время последеформационного отжига механизмом метадинамической рекристаллизации.

– области 2, если плотность дислокаций ρ ниже критических значений ρ_{RX} , будут претерпевать возврат, который назван *метадинамическим возвратом*. Если $\rho > \rho_{RX}$, эти области могут рекристаллизоваться статически.

– область 3 будет подвергаться статическому возврату, за которым следует статическая рекристаллизация. Когда материал полностью рекристаллизован, может наступить рост зерен.

Контрольные вопросы

1. Какова характерная форма кривых σ – ε при динамической рекристаллизации?
2. Чем объясняется наличие или отсутствие повторяющихся пиков на кривой σ – ε ?
3. Чем объясняется отличие в механическом поведении сплавов с высокой и низкой ЭДУ (например, ферритной и аустенитной стали)?
4. Как будут отличаться структуры этих сталей при одинаковых условиях деформации, объясните отличие.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Recrystallization and related annealing phenomena. By F. J. Humphreys and M. Hatherly. Pergamon Press, 1996. 497 p.
2. Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургиз, 1978. 568 с.
3. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: МИСИС, 2005. 432 с.
4. Новиков И. И. Теория термической обработки металлов. 4-е изд. М.: Металлургия, 1986. 479 с.
5. Рекристаллизация металлических материалов / под ред. Ф. Хесснера (пер. с англ.). М., Металлургия, 1982. 351 с.
6. Кайбышев О. А., Валиев Р. З. Границы зерен и свойства металлов. М.: Металлургия, 1987. 214 с.
7. Новиков В. Ю. Вторичная рекристаллизация. М.: Металлургия, 1990. 123 с.
8. Штремель М. А. Прочность сплавов. Часть 2. М.: МИСИС, 1997. 527 с.
9. Физическое материаловедение. В 3-х томах (пер. с англ.). Т. 3. Под ред. Р. У. Кана и П. Хазена. М.: Металлургия, 1987. 663 с.
10. Диаграммы горячей деформации, структура и свойства сталей / под ред. М. Л. Бернштейна. М.: Металлургия, 1989. 544 с.
11. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 279 с.
12. Лихачев В. А., Панин В. Е., Засимчук Е. Е. Процессы кооперативной деформации и локализация пластической деформации. Киев: Наукова Думка, 1989. 320 с.
13. Коротаев А. Д., Тюменцев А. Н., Гончиков В. Ч., Олемской А. И., Закономерности формирования субструктуры в высокопрочных дисперсно-упрочненных сплавах. Изв. ВУЗов. Физика, № 3 (1991). С. 81–92.
14. Korbel and M. Richert, Shear bands and texture evolution in polycrystalline iron, in Strength of Materials: Proc. of the 10th Int. Conf. (ICSMA 10), ed. H. Oikawa, K. Maruyama, S. Takeuchi, M. Yamaguchi. The Japan Institute of Metals, Sendai, Japan (1994). P. 271–274.
15. Фирстов С. А., Саржан Г. Ф. Дислокационная структура и деформационное упрочнение ОЦК металлов. Изв. ВУЗов. Физика № 3 (1991). С. 23–34.

16. Зарипова Р. Г., Кайбышев О. А., Салищев Г. А. Динамическая рекристаллизация в нержавеющей сталях ферритного, аустенитного и аустенито-ферритного классов. ФММ, 1992. Т. 4. С. 132–142.
17. Jonas J. J., Sellars C. M., Tegart W. J. Strength and Structures Under Hot-Working Conditions. Met. Reviews, 1969. P. 1–24.
18. E. Nes, W. B. Hutchinson, A. A. Ridha. Об образовании микрополос при пластической деформации металлов, Прочность металлов и сплавов (Strength of Metals and Alloys – ICSMA7: Proc. 7th Int. Conf. (Eds. H/J/McQueen et al). Regamon Press, 1985. P. 15.
19. H. J. McQueen, R. G. Zaripova, N. D. Ryan, K. G. Farkhutdinov, Comparison of Hot Working Behavior of Austenitic and Ferritic Stainless Steels – Proc. 37th Mech. Working Steel Processing Conf., Hamilton (1995). P. 883–894.
20. H. J. McQueen, E. V. Konopleva, N. D. Ryan, R. G. Zaripova. Hot deformation behaviour and microstructure of ferritic 409 steel. Mater. Sci. Eng., A234-236 (1997). P. 826–829.
21. Салищев Г. А., Кайбышев Р. О., Зарипова Р. Г., Беляков А. А. Механизмы формирования высокоугловых границ зерен в ходе горячей деформации нержавеющей стали. Colloque de Physique, 1990, 51, № 1. С. 435–438.