

Кристаллографический анализ аномального роста зерен в криогенно-деформированной меди

Конькова Т.Н.^{1,†}, Миронов С.Ю.^{1,2}, Корзников А.В.¹

[†]konkova_05@mail.ru

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

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

Crystallographic analysis of abnormal grain growth in cryogenically deformed copper

T.N. Konkova¹, S.Yu. Mironov^{1,2}, A.V. Korznikov¹

¹Institute for Metals Superplasticity Problems, Russian Academy of Science, 39 Khalturin Str., Ufa, 450001, Russia

²Department of Materials Processing, Graduate School of Engineering, Tohoku University, 6-6-02 Aramaki-aza-Aoba, Sendai 980-8579, Japan

Проанализирована кристаллографическая ориентировка аномально крупных зерен, сформировавшихся в меди после интенсивной криогенной деформации и последующей длительной (~ 11 месяцев) выдержки при комнатной температуре. Установлено, что их преимущественная ориентация близка к текстуре куба {100}<100>. Показано, что аномальный рост зерен может быть связан с формированием двойников отжига.

Ключевые слова: Криогенная деформация; аномальный рост зерен; двойники отжига; EBSD; текстура.

Crystallographic orientation of abnormal coarse grains formed in copper after severe cryogenic deformation and further long-term storage at room temperature was analyzed. The orientation was found to be close to cube texture {100}<100>. This phenomenon was shown can be associated with annealing twinning.

Keywords: Cryogenic deformation; abnormal grain growth; annealing twins; EBSD; texture.

1. Введение

В последнее время в материаловедении наблюдается всплеск интереса к деформациям при низких температурах – к так называемым криогенным деформациям [1-4]. Считается, что криогенные температуры должны в значительной мере подавить процессы возврата, стимулировать механическое двойникование и, таким образом, интенсифицировать измельчение зерен.

Однако структура криогенно деформированных материалов оказалась нестабильной. Например, в меди, подвергнутой интенсивной криогенной деформации, был обнаружен аномальный рост зерен в ходе длительного хранения при комнатной температуре [5,6].

Природа этого феномена пока совершенно не ясна. С целью выявления его возможного механизма в данной работе были проанализированы кристаллографические ориентировки аномально растущих зерен.

2. Материал

В качестве материала исследования использовалась технически чистая медь марки М1. Горячекатаный прутки был подвергнут предварительной всесторонней ковке в интервале температур 500-300°C [7] и последующей криогенной деформации методом кручения под высоким давлением [8]. После криогенной деформации образцы в течение 11 месяцев находились при комнатной температуре, что привело к аномальному росту зерен в них [5]. Сформировавшаяся микроструктура изучалась с помощью автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализ). В качестве критерия мало- и большеугловых границ (МУГ и БУГ, соответственно) использовалась разориентировка 15°. Под зернами понимались кристаллиты со всех сторон окруженные БУГ, а за размер зерна принимали диа-

метр круга, площадь которого эквивалентна площади зерна на EBSD-карте.

3. Результаты и обсуждение

EBSD карта структуры, сформировавшейся в материале, приведена на рис.1а; на карте указаны только БУГ. Направление сдвига, нормали к плоскости сдвига и ради-

альное направление обозначены как НС, НН и РН соответственно.

Особенностью микроструктуры является наличие аномально крупных зерен на фоне мелкозернистой матрицы. Эти зерна, как правило, содержат двойники отжига (пример обозначен стрелкой). Максимальный размер зерен составляет ~ 10 мкм (без учета двойниковой субструктуры).

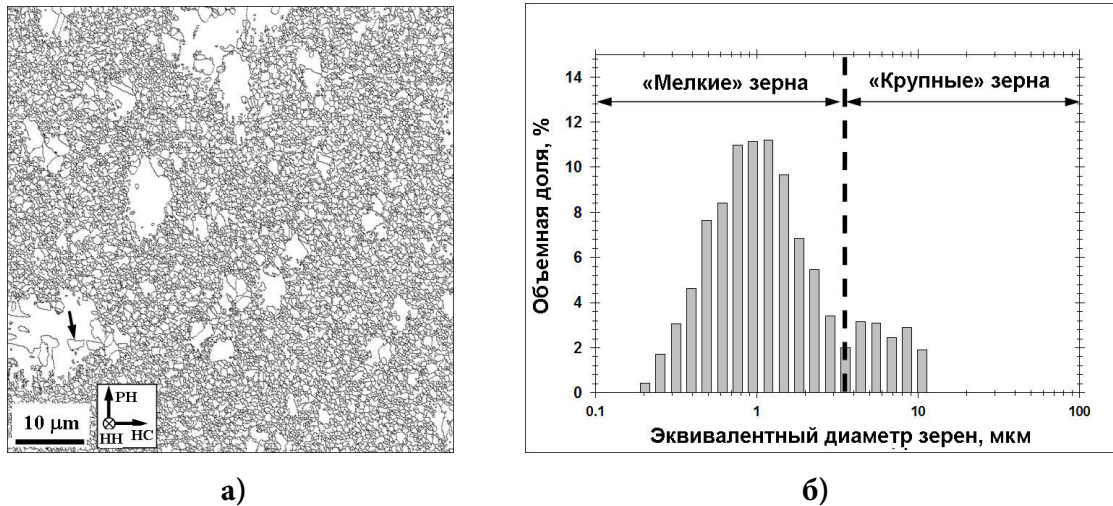


Рис. 1. (а) EBSD карта микроструктуры и (б) распределение зерен по размерам. НС, НН и РН соответствуют направлению сдвига, направлению нормали к плоскости сдвига и радиальному направлению. Подробности даны в тексте статьи.

Как следует из распределения зерен по размерам (см. рис.1б), граница между мелкозернистой матрицей и аномально крупными зернами проходит примерно через 3 мкм. Исходя из этого EBSD карта на рис.1а была разделена на мелкозернистую (см. рис.2а) и аномально крупнозернистую (см. рис.2б) составляющие.

Текстура мелкозернистой матрицы и аномально крупных зерен, представленная в виде прямых полюсных фигур $\{111\}$ и $\{110\}$, приведена на рис.3. Поскольку схема деформации при кручении под высоким давлением считается близкой к простому сдвигу, на рисунке также даны соответствующие идеальные текстуры.

Как следует из сопоставления идеальных и экспериментальных полюсных фигур, преимущественная кристаллографическая ориентировка зерен мелкозернистой

матрицы, как и ожидалось, близка к текстуре простого сдвига. При этом важно отметить, что экспериментальные текстурные пики несколько смещены от своих идеальных положений. Данный эффект, скорее всего, связан с небольшими отклонениями реальной плоскости и направления сдвига от теоретических. С целью их выравнивания, экспериментальные текстуры были последовательно развернуты на 15° вокруг НН, 15° вокруг НС и 5° вокруг РН. Откорректированные полюсные фигуры также показаны на рис.3. Как следует из него, текстурная картина в мелкозернистой матрице является довольно сложной. Для неё характерно преобладание аксиальной текстуры $\{hkl\} \langle 110 \rangle$ и текстурных компонент B/\bar{B} $(1\bar{1}2)[110]/(\bar{1}1\bar{2})[\bar{1}\bar{1}0]$ (Таблица 1).

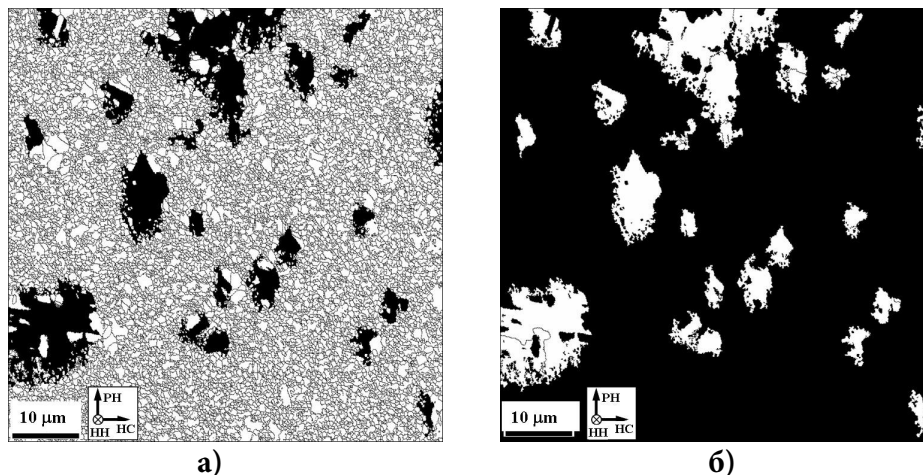
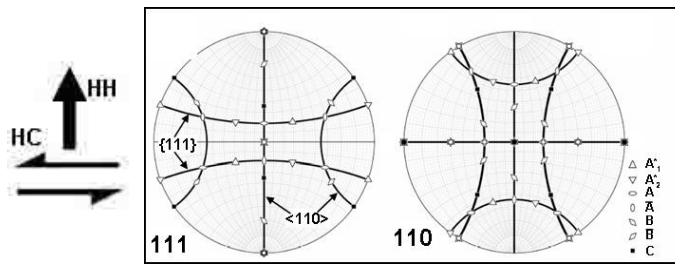


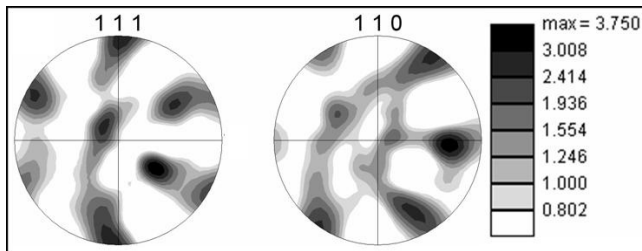
Рис. 2. (а) “Разделение” EBSD карты на мелкозернистую и (б) аномально крупнозернистую составляющие. НС, НН и РН обозначают, соответственно, направление сдвига, направление нормали к плоскости сдвига и радиальное направление. Подробности даны в тексте статьи.

Идеальная текстура простого сдвига [9]

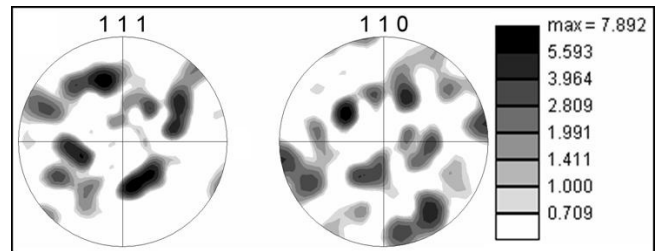


Экспериментальная текстура

Мелкозернистая матрица

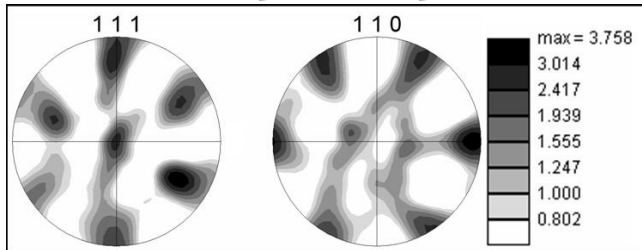


Аномально крупные зерна



Откорректированная текстура

Мелкозернистая матрица



Аномально крупные зерна

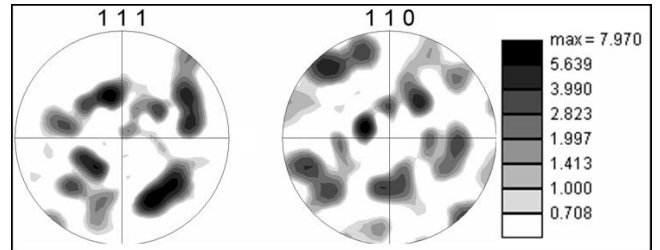


Рис. 3. Прямые полюсные фигуры $\{111\}$ и $\{110\}$, иллюстрирующие идеальную текстуру простого сдвига и экспериментальные текстуры мелкозернистой матрицы и аномально крупных зерен. НС – направление сдвига, НН – направление нормали к плоскости сдвига. Подробности даны в тексте статьи.

Кристаллографическую ориентировку аномально крупных зерен (см. рис.3) довольно затруднительно описать в рамках текстуры простого сдвига. Это означает, что ни одна из компонент текстуры простого сдвига, сформировавшихся в криогенно деформированном материале, не имела преимуществ в росте, приведшего к появлению аномально крупных зерен.

Для характеристики их текстуры более информативной оказалась прямая полюсная фигура $\{100\}$ (см. рис.4а). Как следует из рисунка, преимущественная кри-

сталлографическая ориентировка аномально крупных зерен близка к текстуре куба $\{100\}\langle 100 \rangle$. Следует подчеркнуть, что текстурные максимумы несколько отклонены от идеальной ориентировки (см. рис.4а). Однако попытки их выравнивания вели к существенному смещению текстуры мелкозернистой матрицы (см. рис.3) от плоскости и направления сдвига. Исходя из первичности текстуры простого сдвига, был сделан вывод, что ориентировки аномально крупных зерен именно *близки* к текстуре куба, но не совпадают с ней.

Таблица 1

Объемная доля компонент текстуры простого сдвига в мелкозернистой матрице

Компоненты текстуры	Объемная доля* (%)		
	в пределах отклонения от идеальной ориентировки:		
	10°	15°	20°
$\{111\} \langle uvw \rangle$	13.7	26.6	39.9
$\{hkl\} \langle 110 \rangle$	26.9	46.3	63.1
$A_1^* / A_2^* (111)[\bar{1}\bar{1}2] / (111)[11\bar{2}]$	1.6	5.1	11.7
$A / \bar{A} (1\bar{1}1)[110] / (\bar{1}1\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$	5.9	14.6	26.9
$B / \bar{B} (1\bar{1}2)[110] / (\bar{1}1\bar{2})[\bar{1}\bar{1}0]$	8.0	19.2	32.9
$C \{001\} \langle 110 \rangle$	1.4	4.3	8.9

*Без учета перекрытия интервалов текстурных компонент.

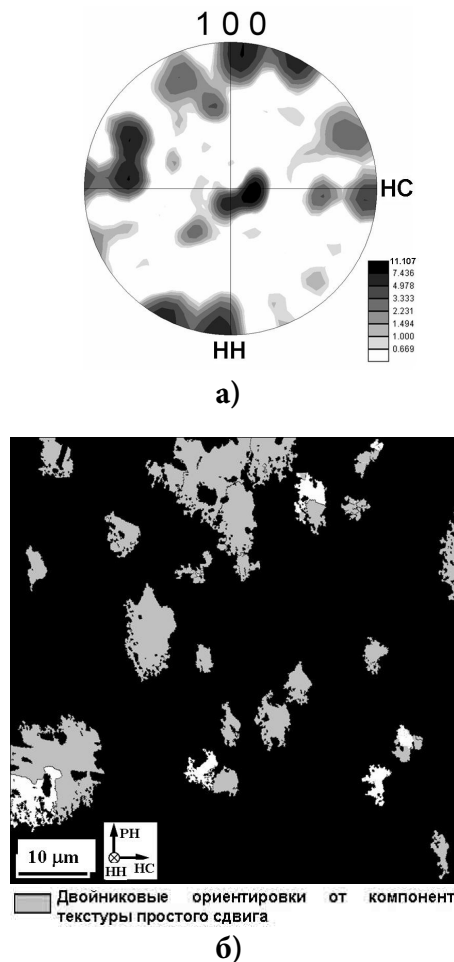


Рис. 4. (а) Прямая полюсная фигура {100} и (б) EBSD карта, иллюстрирующие преимущественную кристаллографическую ориентировку anomalously крупных зерен. Примечание: на рис. (б) показаны ориентировки в пределах 20-градусного отклонения от идеального положения. Подробности даны в тексте статьи.

Хотя формирование текстуры куба при рекристаллизации и росте зерен в меди считается вполне типичным [10], природа этого явления до конца не ясна. В качестве возможных причин отмечается относительно большой размер субзерен с ориентировкой куба, низкая запасенная энергия в них, а также высокая мобильность их границ, характеризующихся разориентировкой близкой к $40^\circ \langle 111 \rangle$ [10]. В условиях представленного эксперимен-

та мелкозернистая матрица также содержит некоторую долю зерен с ориентировкой близкой к текстуре куба ($\sim 2.4\%$). Однако анализ показал, что они не выделяются ни субструктурой, ни разориентировкой, ни размерами. Таким образом не понятно что послужило причиной аномального роста этих зерен.

В этой связи заслуживает внимания гипотеза, выдвинутая в работе [11], согласно которой текстура, близкая к кубической, может образоваться при отжиге меди за счет двойникового зерна с кристаллографической ориентировкой $\{111\} \langle 112 \rangle$. Поскольку двойники отжига характеризуются совершенной кристаллической структурой и окружены высокомобільными границами $\Sigma 3$, они могут обладать преимуществом в росте по сравнению с зернами мелкозернистой матрицы. В этой связи представляет интерес проверить возможную корреляцию между двойниками, образованными типичными компонентами текстуры простого сдвига (Таблица 1), и anomalously крупными зернами.

Как следует из рис.4б и Таблицы 2, кристаллографические ориентировки anomalously крупных зерен и двойников отжига довольно близки. Это позволяет выдвинуть следующую гипотезу о происхождении anomalously крупных зерен. В силу непонятных пока причин большеугловые границы в криогенно деформированной меди являются мобільными при комнатной температуре. Это ведет к частичной рекристаллизации [12,13], а также способствует укрупнению зеренной структуры [5,13]. Кроме того, мигрирующие БУГ порождают двойники отжига, которые в силу своей специфической природы могут обладать преимуществом в росте. Однако для его реализации эти двойники должны быть достаточно крупными, чтобы увеличение энергии (=протяженности) их границ компенсировалось за счет уменьшения упругой энергии поглощаемых ими дислокаций. В работе [13] было показано, что критический размер зерна, способного к anomalously росту в криогенно деформированной меди, должен превышать ~ 2 мкм. Как следует из рис.1б их размер составлял ~ 3 мкм.

Таким образом, двойники, способные к anomalously росту, могут быть порождены только крупными исходными зернами. Поскольку удельная доля крупных зерен в исходной криодеформированной структуре мала, это ведет к селективному (то есть anomalously) росту отдельных двойников.

Таблица 2

Объемная доля двойников первого порядка от компонент текстуры простого сдвига среди кристаллографических ориентировок anomalously крупных зерен

Двойники от компонент текстуры простого сдвига	Объемная доля* (%)		
	в пределах отклонения от идеальной ориентировки:		
	10°	15°	20°
$A_1^* / A_2^* (111)[\bar{1}\bar{1}2]/(111)[11\bar{2}]$	2.3	38.4	43.2
$A / \bar{A} (1\bar{1}1)[110]/(\bar{1}1\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$	9.2	26.0	86.2
$B / \bar{B} (1\bar{1}2)[110]/(\bar{1}1\bar{2})[\bar{1}\bar{1}0]$	6.9	27.7	81.4
$C \{001\} \langle 110 \rangle$	0.0	0.3	7.3

*Без учета перекрытия интервалов текстурных компонент

4. Заключение

В работе анализировалась кристаллографическая ориентировка аномально крупных зерен, сформировавшихся в криогенно деформированной меди в ходе длительного (11 месяцев) хранения при комнатной температуре. Показано, что преимущественная ориентировка аномально крупных зерен близка к текстуре куба $\{100\}\langle 100 \rangle$. Выдвинута гипотеза, в соответствии с которой аномальный рост зерен в меди, подвергнутой интенсивной криогенной деформации, обусловлен формированием двойников отжига.

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

Литература

1. Y. Huang, P.B. Prangnell. Acta Mater. **56**, 1619 (2008)
2. Y.S. Li, N.R. Tao, K. Lu. Acta Mater. **56**, 230 (2008).
3. T. Konkova, S. Mironov, A. Korznikov, and S.L. Semiatin. Acta Mater. **58**, 5262 (2010)
4. E.V. Avtokratova, S.V. Krymski, M.V. Markushev, O.Sh. Sitdikov. Letters on Materials. **1**, 92 (2011) (in Russian) [Автократова Е.В., Крымский С.В., Маркушев М.В., Ситдииков О.Ш.. Письма о Материалах. **1**, 92 (2011)]
5. T. Konkova, S. Mironov, A. Korznikov, and S.L. Semiatin. Scripta Mater. **63**, 921 (2010).
6. T.N. Kon'kova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov. Fizicheskaya mezomehanika. **14**(3), 29 (2011) (in Russian) [Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В. Физическая мезомеханика. **14**(3), 29 (2011)]
7. S.V. Dobatkin, G.A. Salishchev, A.A. Kuznetsov, T. Konkova. Mater. Sci. Forum. **558-559**, 189 (2007)
8. T.N. Kon'kova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov. The Physics of Metals and Metallography. **109**(2), 171 (2010) (in Russian) [Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В. ФММ. **109**, 184 (2010)]
9. R.W. Fonda, K.E. Knipling. Sci. Tech. Weld. Join. **16**, 288 (2011)
10. F.J. Humphreys, M. Hatherly. Recrystallization and related phenomena, Elsevier (2004) 574p.
11. C.A. Verbraak. Acta Metall. **8**, 65 (1960)
12. H.D. Meigelberg, M. Meixner, K. Lucke. Acta Metal. **13**, 835 (1965)
13. T. Konkova, S. Mironov, A. Korznikov, and S.L. Semiatin. Mater. Sci. Eng. A **528**, 7432 (2011)