

Влияние длительного вылёживания на стабильность структуры сплава Х20Н80

Даниленко В.Н.[†], Сергеев С.Н.

[†]vdan@anrb.ru

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

The influence of long maturing on stability of the H20N80 alloy structure

V.N. Danilenko, S.N. Sergeev

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Методами рентгеноструктурного и EBSD анализа исследовано влияние длительного вылёживания на структурно-фазовые превращения в сплаве Х20Н80, в котором после термомеханической обработки была получена структура с повышенной долей специальных границ зёрен. Обнаружено, что средний размер зерна уменьшается, меняется спектр разориентировок границ зёрен, происходят изменения в текстуре исследованного образца, фазовый состав сплава не меняется. Обсуждаются причины такого поведения сплава.

Ключевые слова: границы зерен, островковые зерна, нихром

By methods X-ray diffraction and electron backscatter diffraction have been investigated the long maturing effect on the structural phase transformation in the alloy H20N80. After thermomechanical processing was obtained structure with high proportion special grain boundaries. It has been found that the average grain size decrease, changing the grain boundary character distribution (GBCD), changes in texture test the sample, the phase composition of the alloy to remain. The reasons for this behavior of the alloy be discussed.

Keywords: grain boundaries, island grain, nichrome.

1. Введение

Трансформация поликристаллических структур под действием внешних воздействий, таких как давление и температура, широко исследуется в физике твердого тела и физическом материаловедении. В тоже время изменения в поликристаллических материалах в условиях длительного вылёживания исследовано значительно меньше. Речь идет об изменении структуры и фазового состава поликристаллических материалов, которое происходит в течение длительного времени при постоянных давлении и температуре. В последнее время появились работы, в которых описаны результаты влияния длительного вылёживания при постоянном давлении и комнатной температуре на трансформацию структуры и фазового состава сплава алюминия [1] и меди [2], полученных в результате интенсивной пластической деформации. В результате вылёживания в течение 1.5 года в сплаве алюминия произошли следующие изменения: увеличился средний размер зерна, распределение стало бимодальным, уменьшилась дефектность структуры, изменился фазовый состав сплава [1]. После 11 мес. вылёживания в мелкозернистой матрице меди появились аномальные крупные зёрна, в спектре разориентировок границ зёрен (СПГЗ) заметно увеличилась доля двойниковых границ Σ3 [2]. Поэтому значительный интерес

представляют исследования влияния длительного вылёживания при комнатной температуре и атмосферном давлении на изменения структуры и фазового состава поликристаллических материалов полученных после различных термомеханических обработок.

Целью данного исследования является изучение влияния длительного вылёживания при постоянном давлении и комнатной температуре на размерную стабильность, спектр разориентировок границ зёрен (СПГЗ), текстуру и фазовый состав никелевого сплава Х20Н80.

2. Материал и методика исследования.

Нихром Х20Н80 после отжига при температуре 720°C в течение 2 часов подвергли деформации по схеме одноосного растяжения при комнатной температуре на 6 %, после чего нагрели образец до температуры 950°C со скоростью 120° в час. После достижения заданной температуры образец закалывали в воду. Как показано [3] такая обработка приводит к формированию в образце повышенной доли специальных границ зёрен. СПГЗ в исходном образце, назовем его А1, находили с помощью EBSD анализа с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) «Philips XL-30» с полевым катодом и программным обеспечением Tex SEM Lab (TSL).

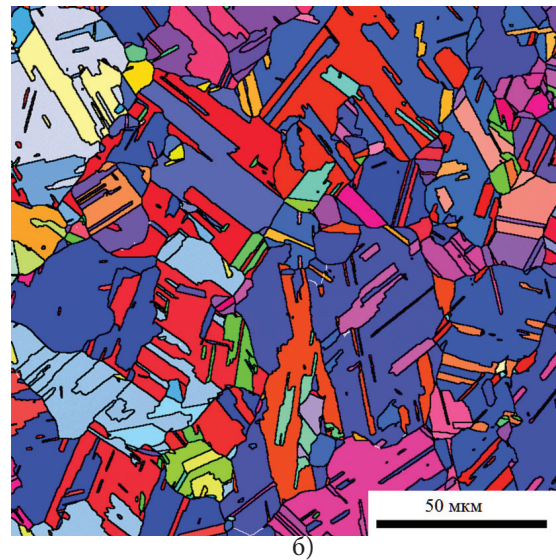
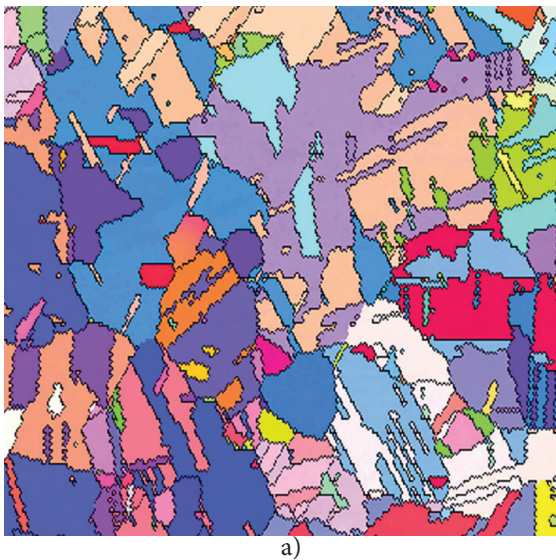


Рис 1. Микроструктура исследованного образца: а) в состоянии A1; б) в состоянии A2.

Ускоряющее напряжение было 20 кВ; применялась гексагональная сетка с шагом сканирования 1.0 мкм. Ориентировка кристаллитов в каждой точке сканирования определялась с определенной степенью вероятности, характеризуемой параметром «доверительный индекс» (Confidential Index – CI), который был равен -0.78. Качество сканирования было высоким (Average Image Quality): - 212.46. Через 7.5 лет данный образец был исследован РЭМ «TESCAN MIRA 3LMH» с полевым катодом и программным обеспечением CHANNEL 5. Ускоряющее напряжение было 20 кВ, использовали квадратную сетку с шагом сканирования 0,5 мкм. Индексирование в каждой точке проводилось по шести Кичи-линиям. Доля проиндексированных дифракционных картин составляла 98% от общего числа измеренных точек. Полученные экспериментальные данные обозначим A2.

Микроструктурные характеристики исследованного образца изучали с помощью системы анализа изображений, используя программу «KS-300» (Carl Zeiss).

Рентгеноструктурный анализ (PCA) образца A1 проводился на рентгеновском дифрактометре ДРОН 3М, а образца A2 на рентгеновском дифрактометре ДРОН 4-07. Оба дифрактометра имеют вывод дифракционных данных на персональный компьютер. Использовали CuK_α излучение с фокусировкой по Брегу – Брентано, щелями Соллера на первичном и дифрагированном пучках и графитовым кристалл - монохроматором на

дифрагированном пучке. Обратные полюсные фигуры строили по методу Вилсона.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 приведены EBSD карты микроструктуры исследованного образца в состоянии A1 и A2. В целом микроструктура образца не претерпела видимых изменений.

Одной из особенностей полученной микроструктуры является наличие так называемых «островковых» зёрен. Наличие островковых зёрен является структурным элементом характерным для ГЦК материалов с невысокой энергией дефекта упаковки, в которых в результате определенной термомеханической обработки получена структура с повышенной долей специальных границ зёрен типа $\Sigma 3^n$ [3]. В качестве примера на рис. 2 представлено «островковое» зерно, которое пересекает линия, позволяющая определить разориентировку пересекаемых ею границ. Видно, что в местах пересечения линии с границей «островкового» зерна угол разориентировки составил 60° . Таким образом, граница, окружающая «островковое» зерно, является границей $\Sigma 3$. Следовательно, наряду с традиционно наблюдаемыми в ГЦК материалах с невысокой энергией дефекта упаковки угловыми и пластинчатыми двойниками [4], после определённых термомеханических обработок появляются двойники в виде «островковых» зёрен. Островковые зёрна с разориентировкой в диапазоне $55-60^\circ$ наблюдали

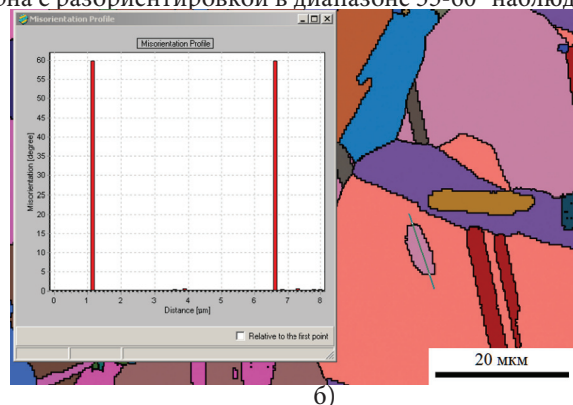
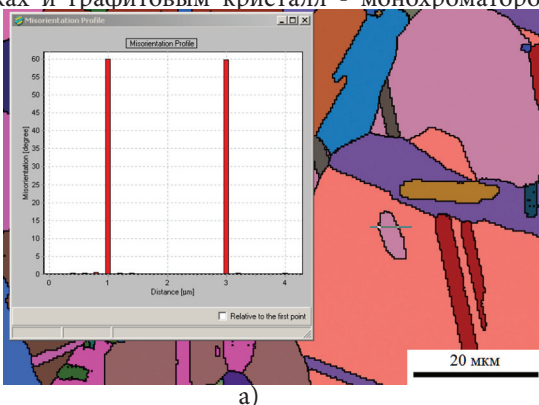


Рис.2. «Островковые» зёрна в микроструктуре исследованного образца A2.

Таблица 1.

Средний размер зерна в нихроме.

	A1	A2
Метод секущих	7.8	5.2
Метод эквивалентного диаметра	6.0	3.2

в отожженном после прокатки сплаве Fe-1%Si [5]. Анализ EBSD карт микроструктуры исследованного образца в состоянии A1 и A2 с помощью системы анализа изображений показал, что объемная доля «островковых» зёрен уменьшается в процессе вылёживания. Если об угловых и пластинчатых двойниках есть достаточно подробные представления [4], то механизм формирования островковых зёрен предложен в [5].

В таблице 1 приведены средние размеры зёрен исследованного образца в состоянии A1 и A2, полученные методом секущих и методом эквивалентного диаметра. Оба метода показывают, что в процессе вылёживания размер зерна уменьшился. Как видно из рис.1, микроструктура исследованного образца до и после вылёживания достаточно неоднородна. Поэтому EBSD карты микроструктуры исследованного образца в состоянии A1 и A2 были проанализированы с помощью системы анализа изображений, которая также подтвердила, что средний размер зерен уменьшается. В тоже время в результате длительного вылёживания в сплаве алюминия и меди наблюдается рост зёрен [1,2].

В таблице 2 приведены СРГЗ исследованного образца до и после вылёживания. Как видно из таблиц спектр заметно изменился. В состояние A2 EBSD съемка проводилась на двух разных участках. Выросла доля специальных границ $\Sigma 3$ и уменьшилась доля произвольных большеугловых (R) и доля специальных границ $\Sigma 5 \leq \Sigma < 29$ включая $\Sigma 9$ и $\Sigma 27$, доля малоугловых (L) границ практически не изменилась. Методом EBSD анализа в [2] показано, что структура меди после ИПД при криогенной температуре оказалась нестабильной в условиях длительной выдержки при комнатной температуре. После

Таблица 2.

СРГЗ (распределение по длине) нихрома (950).

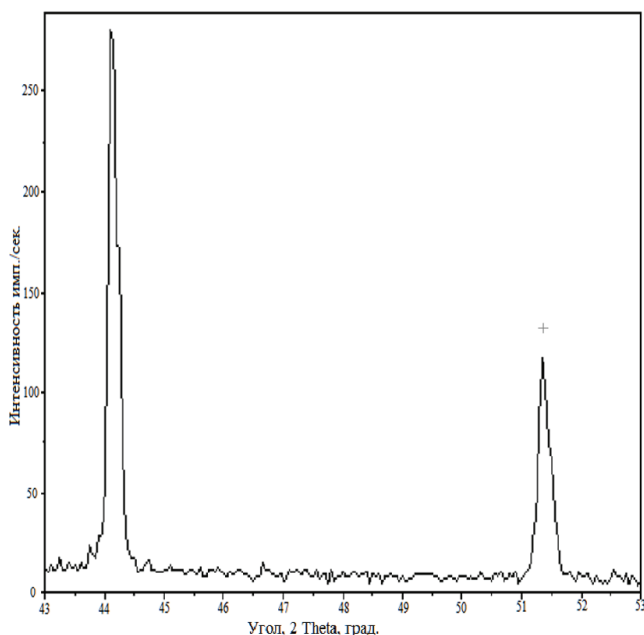
Тип границ	A1	A2	A2 (другой участок)
$\Sigma 3$	71.2	79.7	80.6
$\Sigma 9$	6.1	4.0	3.6
$\Sigma 27$	2.2	1.6	1.0
$\Sigma 5 \leq \Sigma < 29^*$	1.2	0.1	0.1
L	1.2	1.4	0.4
R	18.1	13.2	13.3

* - за исключением $\Sigma 9$ и $\Sigma 27$.

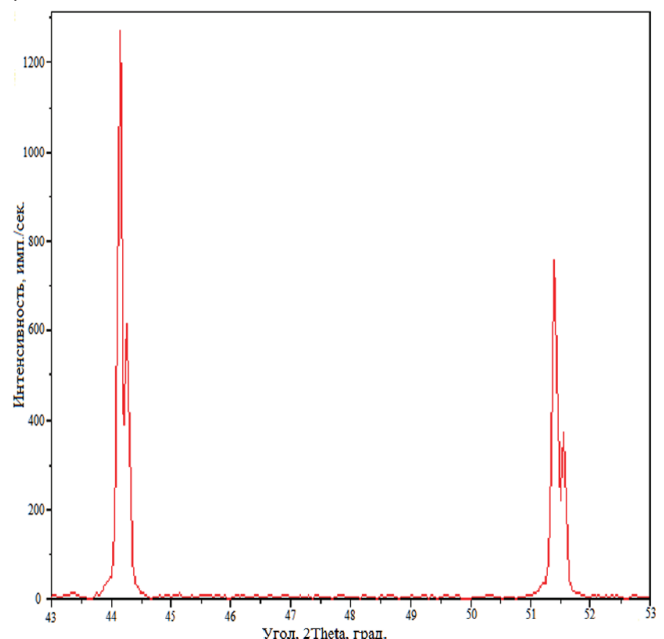
11 мес вылёживания в структуре меди произошли следующие изменения: появились anomalно крупные зерна в мелкозернистой матрице, в СРГЗ заметно увеличилась доля границ $\Sigma 3$, связанное, по мнению авторов статьи, с формированием двойников отжига.

На рис.3 приведены дифрактограммы исследованного образца в состоянии A1 и A2. Видно, что все дифракционные максимумы в состоянии A2 присутствуют в виде хорошо разрешенных дуплетов. В обоих состояниях дифракционный максимум (220) имеет интенсивность сравнимую с фоном. (В тоже время, образец отожженный после первичной рекристаллизации при 950 градусах в течение 30 мин имеет этот максимум как 100%) Обратные полюсные фигуры имеют двойную ориентировку $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle$ в состоянии A1 примерно в равных долях, а в состоянии A2 полюсная плотность (111) стала выше. Фазовый состав образца не изменился. Изменение ширины дифракционных максимумов и выделение стабильных мелкодисперсных фаз T_2 и S_1 наблюдали в сплаве алюминия после 1.5 лет вылёживания [1].

В результате вылёживания в течение 7.5 лет в образце нихрома произошли следующие изменения: изменился СРГЗ, изменился вид дифрактограммы, произошло небольшое изменение в текстуре, средний размер зерна уменьшился.



а)



б)

Рис.3. Участки дифрактограммы исследованного образца а) в состоянии A1; б) в состоянии A2.

Наиболее интересным результатом является уменьшение размера зёрен в процессе вылёживания исследованного сплава.

В исследованном сплаве в результате длительного вылёживания происходит уменьшение среднего размера зёрен, а в сплаве алюминия [1] и меди [2] - рост. Рассмотрим этот результат подробнее. Вылёживание - это процесс релаксации структуры при постоянном давлении и комнатной температуре. Как и любой процесс релаксации, его протекание зависит от запасённой, под влиянием внешних воздействий энергии и кинетики процесса релаксации. По данным РСА как в [1] так и в настоящей работе вид дифрактограммы заметно меняется. В [1] это изменения ширины дифракционных максимумов от плоскостей алюминия (311) и (420) на 6-9%, в исследуемом сплаве (рис. 4) это появление хорошо разрешённых дуплетов от всех дифракционных максимумов включая и плоскость (111). Это связано с релаксацией имеющих напряжений, изменением концентрации и перераспределением дефектов (вакансий, дислокаций и их скоплений). В наблюдаемых параметрах структуры эти изменения во всех трех случаях проявляются в изменении среднего размера зёрен. Изменение размера зёрен связано с миграцией границ зёрен, протекающей в процессе вылёживания в результате уменьшения свободной энергии системы. Такой процесс приводит к росту зёрен [6]. Для сплава алюминия [1] и меди [2] это объясняет наблюдаемый рост зёрен. В исследуемом сплаве также происходит уменьшение свободной энергии, но размер зерна уменьшается. Рассмотрим подробнее вопрос о кинетике релаксации структуры в результате длительного вылёживания в исследованном сплаве. Как было отмечено выше сплав в состоянии А1 был получен термомеханической обработкой, в результате которой в СРГЗ образовалась повышенная доля специальных границ зёрен. В [7] показано, что в нихроме, сплаве с невысокой энергией дефекта упаковки, СРГЗ формируется в результате действия двух механизмов: множественного двойникования и расщепления границ зёрен. Если в границы зёрен внести дефекты, например деформацией, то в процессе релаксации такой структуры начинает действовать механизм расщепления границ зёрен [4]. В этом случае одна граница расщепляется на две, суммарная энергия которых меньше исходной. При этом образующиеся границы имеют более низкую энергию, а наиболее низкую энергию имеет специальная граница $\Sigma 3$. Как видно из таблицы 2 в состоянии А2 происходит рост таких границ. Другими словами, под действием этого механизма релаксации структуры происходит увеличение длины границ зёрен, а это приводит к уменьшению размера зёрен. Вероятно, именно по этому сценарию протекает релаксация структуры в исследованном нихроме в процессе длительного вылёживания.

Выводы

В результате длительного вылёживания сплава Х20Н80 наблюдается изменение в спектре разориентировок границ зёрен, повышается доля специальных границ $\Sigma 3$.

Длительное вылёживание сплава Х20Н80 привело к понижению дефектности структуры, уменьшению доли островковых зерен и среднего размера зерна, в тоже время фазовый состав не изменился.

Уменьшение среднего размера зерна в сплаве Х20Н80 связано с процессами расщепления границ зёрен.

Авторы благодарят J.A. Szpunar и А.П. Жилиева за помощь в проведении EBSD анализа с использованием растрового электронного микроскопа «Philips XL-30»

Литература

1. L.I. Kaigorodova, D.Y. Rasposienko, V.P. Piljugin, V.G. Pushin. The Physics of Metals and Metallography. **113**, 9 (2012). (in Russian) [Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пилюгин В.П., Пушин В.Г. Физика металлов и металловедение **113**, 9 (2012).]
2. T.N. Kon'kova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov, Myshlyaev M.M. Deformation and fracture of materials. **6**, 41 (2012). (in Russian) [Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В., Мышляев М.М. Анализ спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ зёрен // Деформация и разрушение материалов **6**, 41 (2012)].
3. M.F. Imaev, T.S. Ilikaeva, V.N. Danilenko. The current status of the theory and practice of superplastic materials. (2000). (in Russian) [Имаев М.Ф., Иликаева Т.С., Даниленко В.Н. Влияние деформационно термической обработки на спектр разориентировок границ зерен в нихроме. Современное состояние теории и практики сверхпластичности материалов. 2000. - С. 162-166.]
4. Ch.V. Kopecky, A.N. Orlov, L.K. Fionova. The grain boundaries in pure metals. - Moscow: Science, 160 (1987). [Копецкий Ч.В., Орлов А.Н., Фионова Л.К. Границы зерен в чистых металлах. - М.: Наука, 1987. - 160 с.]
5. T.A. Bennett, P.N. Kalub and A.D. Rolletta On the character of host-island grain interfaces in Fe-1%Si alloy // Scripta Materialia **57**, 41(2007).
6. S.S. Gorelik. Recrystallization of metals and alloys. Moscow: Metallurgy. 568 (1978).(in Russian) [Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. - 568с.]
7. V.N. Danilenko. Evolution of the grain-boundary misorientation spectrum in recrystallized nichrome. The Physics of Metals and Metallography. **90**, 1 (2000). (in Russian) [Даниленко В.Н. Эволюция спектров разориентировок границ зерен в рекристаллизованном нихроме // Физика металлов и металловедение. **90**, 1 (2000).]