

УДК 669.548.53

ББК Ж.я7

П 27

Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю. Рекристаллизация металлов и сплавов. Учебное пособие. – Нижний Новгород: изд-во ННГУ им. Н.И. Лобачевского, 2000. – 62 с.

Рецензент:

Д.Ф. Молдавский, доцент кафедры кристаллографии и экспериментальной физики ННГУ им. Н.И. Лобачевского, к.т.н.

Учебное пособие предназначено для студентов физических факультетов, специализирующихся в области физики металлов и физического материаловедения. В нем рассматриваются механизмы рекристаллизации, с помощью которых металлы и сплавы восстанавливают искаженную пластической деформацией структуру, физические и механические свойства.

П 2608000000 - 632
М 187 (03) - 2000

ISBN 5-85746-608-3

ББК Ж.я7

©Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю., 2000

Оглавление

Введение

1. Деформирование материалов

- | | |
|---|----|
| 1.1. Напряжения, возникающие в материале при нагружении, и деформация | 6 |
| 1.2. Упругая и пластическая деформации | 7 |
| 1.3. Дислокации, возникающие на границах зерен в процессе пластической деформации | 9 |
| 1.4. Границы деформационного происхождения | 11 |

2. Энергия, запасенная при деформировании, и механизмы ее высвобождения

3. Первичная рекристаллизация

- | | |
|---|----|
| 3.1. Кинетика рекристаллизации | 22 |
| 3.2. Закономерности первичной рекристаллизации | 22 |
| 3.3. Теоретические представления о механизмах возникновения рекристаллизованных зерен | 23 |
| 3.4. Температура начала рекристаллизации | 32 |
| 3.5. Рост рекристаллизованных зерен при первичной рекристаллизации | 34 |
| 3.6. Температура конца первичной рекристаллизации | 36 |

4. Собирательная рекристаллизация

- | | |
|--|----|
| 4.1. Закономерности собирательной рекристаллизации | 38 |
| 4.2. Движущие силы и силы торможения | 38 |

5. Вторичная рекристаллизация

- | | |
|--|----|
| 5.1. Закономерности вторичной рекристаллизации | 45 |
| 5.2. Природа вторичной рекристаллизации | 46 |
| 5.3. Разнозеренные структуры | 48 |

Приложение 1. Размер рекристаллизованного зерна

- | | |
|--|----|
| П1.1. Влияние температуры и времени отжига | 50 |
| П1.2. Влияние степени предварительной деформации | 52 |
| П1.3. Влияние химического и фазового состава | 54 |
| П1.4. Диаграммы рекристаллизации | 55 |

Приложение 2. Изменение свойств материала при отжиге

- | | |
|--------------------------------|----|
| П2.1. Разупрочнение при отжиге | 57 |
| П2.2. Упрочнение при отжиге | 60 |

Рекомендательный библиографический список

Введение

Рекристаллизация представляет собой сложный многостадийный процесс изменения дефектной структуры материала, ключевую роль в котором играют возникновение и (или) движение большеугловых границ зерен. Рекристаллизация широко используется на практике для получения материалов с заданными прочностными и пластическими свойствами, что достигается, в первую очередь, за счет формирования зеренной структуры с требуемым размером зерна, а также типом и состоянием границ зерен. Несмотря на то, что рекристаллизация изучается на протяжении многих десятилетий, в настоящее время все еще отсутствует единая теория этого явления. В последние годы, однако, начался существенный прогресс в этом направлении, связанный, прежде всего, с достижениями физики межкристаллитных границ, более глубоким пониманием атомной структуры границ зерен и элементарных актов ее перестройки при взаимодействии границ с другими дефектами кристаллической решетки (вакансиями и дислокациями).

Настоящее учебное пособие предназначено для студентов физических факультетов вузов, специализирующихся в области физики металлов и физического материаловедения. Его основной частью является ознакомление студентов с основными закономерностями рекристаллизации и теоретическими моделями этого явления, базирующими на современных представлениях о структуре и свойствах границ зерен. При этом основное внимание уделено рекристаллизации металлов и сплавов в условиях изотермического отжига (первичной и собирательной рекристаллизации). Анализ процессов рекристаллизации при высокотемпературной деформации (динамической рекристаллизации) не входит в задачи данного пособия. При написании пособия авторы стремились в доступной форме изложить основные идеи и представления о механизмах рекристаллизации, отражающие существующие тенденции в развитии физических представлений о природе этого явления.

Авторы искренне надеются, что эта книга окажется полезной магистрантам, аспирантам и преподавателям, проводящим научные исследования в этой интересной области физического материаловедения.

1. Деформирование материалов

1.1. Напряжения, возникающие в материале при нагружении, и деформация

При действии на образец внешней силы P в материале возникают напряжения¹ σ (рис. 1.1). В заданном сечении образца (AB) эти напряжения можно разложить на нормальные p (перпендикулярные сечению AB) и касательные t (в сечении AB) составляющие. В условиях растяжения в материале действуют как нормальные, так и касательные напряжения.

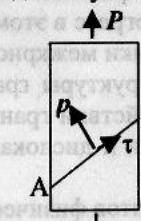


Рис. 1.1. Возникновение нормальных и касательных напряжений в материале при его нагружении

Пластическую деформацию² ε вызывают касательные напряжения. Изменение деформации по мере роста действующего напряжения показано на рис. 1.2.

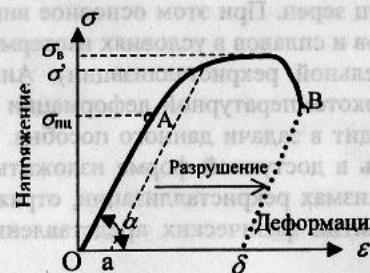


Рис. 1.2. Диаграмма зависимости деформации металла от действующего напряжения

Имеются материалы, диаграмма деформации которых отлична от приведенной, но принципиальная сущность процессов, происходящих при деформации металлов, во всех случаях одинакова.

На диаграмме можно выделить два участка: OA и AB. Участок OA показывает пропорциональную зависимость деформации от напряжения.

¹ Под напряжением σ понимают силу P , действующую на единицу площади сечения S образца. $\sigma = P/S$.

² Под деформацией ε понимают относительное удлинение образца: $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l} \cdot 100\%$, где Δl – абсолютное удлинение образца, l – длина образца до начала деформирования.

Предельное напряжение $\sigma_{\text{пп}}$, при котором сохраняется такая зависимость, называется **пределом пропорциональности**. На участке AB пропорциональность деформации от напряжения нарушена. Деформация материала заканчивается в точке B, в которой происходит разрушение материала. Величина этой предельной деформации δ служит **мерой пластичности**¹ материала. Наибольшее напряжение σ_b , которое выдержал материал, называется **пределом прочности** или **временным сопротивлением**.

1.2. Упругая и пластическая деформации

На участке OA образец деформируется упруго, то есть, при устранении действующей на образец силы ($P=0$), исчезает и деформация ($\varepsilon=0$). Зависимость между деформацией ε и напряжением σ описывается законом Гука:

$$\sigma = E\varepsilon,$$

где E – коэффициент ($E = tg\alpha$), называемый **модулем упругости**.

Упругая деформация происходит за счет изменения межатомных расстояний в кристаллической решетке. Она устраивается после снятия нагрузки благодаря силам взаимодействия между атомами.

Важнейшей характеристикой упругих свойств материалов является модуль упругости. По физической природе величина модуля упругости является мерой прочности связей между атомами в твердом теле. Это подтверждается наличием связи между температурой плавления и величиной модуля упругости: чем выше температура плавления, тем выше модуль упругости материала. Более высокие значения модуля упругости имеют переходные металлы, благодаря участию в связях между атомами электронов s- и d-подуровней. Модуль упругости в монокристаллах является анизотропной величиной. Например, для монокристаллического железа в направлении [100] $E=132000$ МПа, в направлении [111] $E=271000$ МПа. Для поликристаллического железа $E=217000$ МПа. Так как силы связей между атомами не зависят от формы и размера кристаллов в поликристаллическом теле, то модуль упругости не является структурно-чувствительной величиной.

На участке AB образец деформируется пластично. Если убрать действующую силу, вызвавшую в материале напряжение $\sigma > \sigma_{\text{пп}}$, образец изменит свои исходные размеры; величина этих изменений (остаточная дефор-

¹ Мерой пластичности материала δ принято считать отношение абсолютного удлинения образца после разрыва $\Delta l_{\text{разр}}$ к длине образца до начала деформирования:

$$\delta = \frac{\Delta l_{\text{разр}}}{l} \cdot 100\%.$$

мация) соответствует отрезку Оа (Напряжение, соответствующее появлению остаточной деформации, равной 0,05 % (Оа=0,05 %), называют пределом упругости и обозначают $\sigma_{0,05}$. Напряжение, при котором остаточная деформация составляет 0,2 % (Оа=0,2 %), называют условным пределом текучести и записывают в виде: $\sigma_{0,2}$). Механизм пластической деформации существенно отличается от упругой деформации.

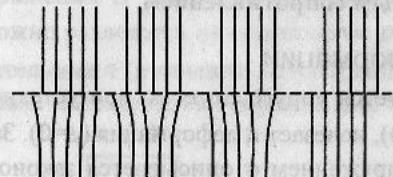


Рис. 1.3. Схема механизма пластической деформации

Пластическая деформация – результат скольжения дислокаций. При скольжении дислокаций наблюдается взаимный сдвиг частей кристалла (рис. 1.3). Результатом прохождения дислокации через кристалл будет ее выход (вместе с экстраплоскостью) из кристалла вправо. Произойдет элементарный акт пластической деформации – сдвиг одной части кристалла относительно другой на один вектор Бюргерса дислокации **B**. Реально наблюдаемый сдвиг есть результат последовательного перемещения большого числа дислокаций.



Рис. 1.4. Рентгеновская топография, показывающая решеточные дислокации, расположенные в объеме субзерен. Кристалл LiF толщиной 0,35 мм. Излучение AgK α , отражение (200). x30

Дислокации окружены полями искажений (упругих напряжений). Область над краевой дислокацией (две средние позиции на рис. 1.3), содержа-

¹ Физическое металловедение/ Под ред. Р. Кана. Вып. 3. Дефекты кристаллического строения. Механические свойства металлов и сплавов. М.: Мир. 1968. С. 68.

жащая лишнюю полуплоскость, испытывает напряжения сжатия, а область под дислокацией – напряжения растяжения.

Если в результате пластической деформации решетка сдвинутой части кристалла совмещается с решеткой неподвижной части кристалла (крайняя правая позиция на рис. 1.3), то дислокации, вызвавшие такой сдвиг, называют полными (или решеточными) дислокациями. Сетка решеточных дислокаций, образовавшаяся после деформирования монокристалла LiF, показана на рис. 1.4.

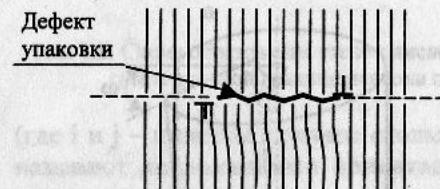


Рис. 1.5. Две частичные дислокации, связанные между собой дефектом упаковки

Помимо полных дислокаций при деформировании важную роль играют так называемые частичные дислокации. Скольжение таких дислокаций приводит к появлению новой конфигурации расположения атомов, отличной от конфигурации существовавшей до сдвига. Дефект кристаллического строения, возникающий в результате движения частичных дислокаций, называют дефектом упаковки. Как правило, дефект упаковки с каждой стороны ограничен частичными дислокациями (рис. 1.5 и 1.6). Комплекс, состоящий из двух частичных дислокаций, связанных между собой дефектом упаковки, называют расщепленной дислокацией.

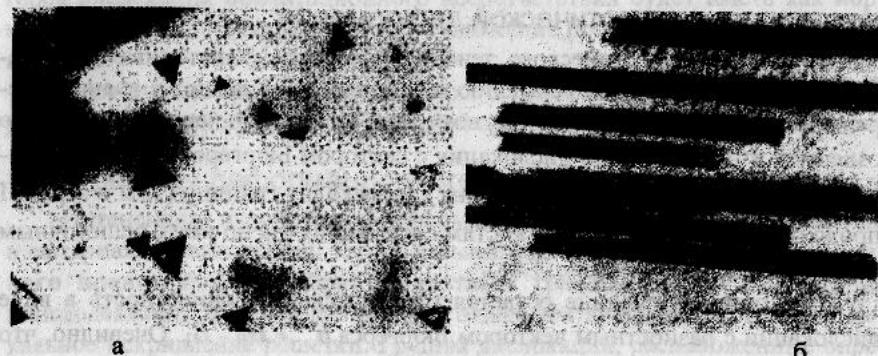


Рис. 1.6. Дефекты упаковки
а – Тетраэдры дефектов упаковки в золоте. Просвечивающий электронный микроскоп. x 120 000¹.
б – Дефекты упаковки в –латуни. Просвечивающий электронный микроскоп. x 40 000².

¹ Cotterill R.M.J. end eds. Lattice Defects in Quenched Metals. Acad. Press, N.Y., 1965.

² Физическое металловедение/ Под ред. Р. Кана. Вып. 3. Дефекты кристаллического строения. Механические свойства металлов и сплавов. М.: Мир. 1968. С. 79.

Кроме дислокаций и дефектов упаковки, в пластически деформированном материале могут возникать **дисклинации**¹.

В отличие от дислокации, являющейся линейным дефектом, ограничивающим область локализованного сдвига, дисклинация представляет собой линию локализованного разворота в кристалле. Схематическое представление дисклинации, введенной в кристалл путем взаимного смещения жестких недеформированных берегов разреза на вектор поворота ω , показано на рис. 1.7.

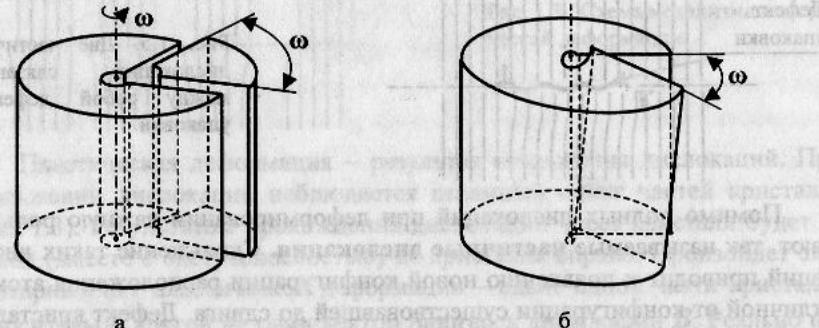


Рис. 1.7. Схематическое представление дисклинации.

а) краевая дисклинация,
б) винтовая дисклинация

1.3. Дислокации, возникающие на границах зерен в процессе пластической деформации

В процессе пластического течения материала решеточные дислокации, осуществляющие деформацию в теле зерен, попадают в границы зерен. При определенных условиях возможен их переход через границу. Это означает, что решеточная дислокация с вектором Бюргерса B_1 , двигавшаяся по плоскости скольжения ξ_1 зерна I, переходит границу (1) и в зерне II продолжает движение по плоскостям скольжения ξ_{II} , но уже с решеточным вектором Бюргерса B_{II} (рис. 1.8а).

При этом на границе остается пластическая несовместность в виде дислокации с разностным вектором Бюргерса $b^{(1)} = B_{II} - B_1$. Очевидно, что такая же дислокация возникнет и в том случае, когда на границе встречаются решеточные дислокации зерна I с вектором Бюргерса B_1 и решеточная дислокация зерна II с вектором Бюргерса $(-B_{II})$ (рис. 1.8б). Дислокации с разностными векторами Бюргерса (рис. 1.8в)

$$\{b^{(1)}\} = \{B_{IIj} - B_{Ii}\},$$

¹ Лихачев В.А., Хайров Р.Ю. Введение в теорию дисклинаций. Л.: ЛГУ, 1975. 183 с.

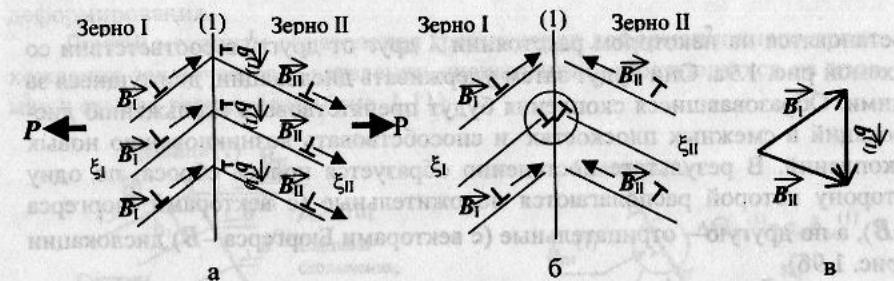


Рис. 1.8. Схема образования стенки дислокаций ориентационного несоответствия на симметричной границе наклона при деформировании поликристалла

(где i и j – индексы системы скольжения в зернах I и II, соответственно) называют дислокациями ориентационного несоответствия. Любая решеточная дислокация, вышедшая из объема зерна на границу, является, очевидно, частным случаем дислокации ориентационного несоответствия (при $B_{II} = 0$ или $B_1 = 0$).

В общем случае в процессе пластической деформации в границах зерен накапливаются как дислокации с разностным вектором Бюргерса $b^{(1)} = B_{II} - B_1$, так и с вектором Бюргерса, равным векторам Бюргерса решеточных дислокаций ($b^{(1)} = B_{II}$ или $b^{(1)} = -B_1$). На рис. 1.8 приведена схема возникновения дислокаций ориентационного несоответствия на симметричной границе наклона. Для несимметричной границы наклона вектор Бюргерса дислокаций ориентационного несоответствия будет иметь как нормальную, так и тангенциальную составляющие по отношению к плоскости границы.

Пересечение границы зерен полосой скольжения приводит к формированию на границе стенки дислокаций ориентационного несоответствия.

1.4. Границы деформационного происхождения

Интенсивная пластическая деформация может приводить к появлению в материале новых границ зерен, называемых границами деформационного происхождения. Образование таких границ 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.

Под действием внешнего напряжения разноименные дислокации, движущиеся навстречу друг другу, в параллельных плоскостях скольжения

остановятся на некотором расстоянии λ друг от друга¹ в соответствии со схемой рис. 1.9а. Они будут затем удерживать дислокации, движущиеся за ними. Образовавшиеся скопления будут препятствовать скольжению дислокаций в смежных плоскостях и способствовать возникновению новых скоплений. В результате постепенно образуется полоса сброса, по одну сторону которой располагаются положительные (с векторами Бюргерса $+B$), а по другую – отрицательные (с векторами Бюргерса $-B$) дислокации (рис. 1.9б).

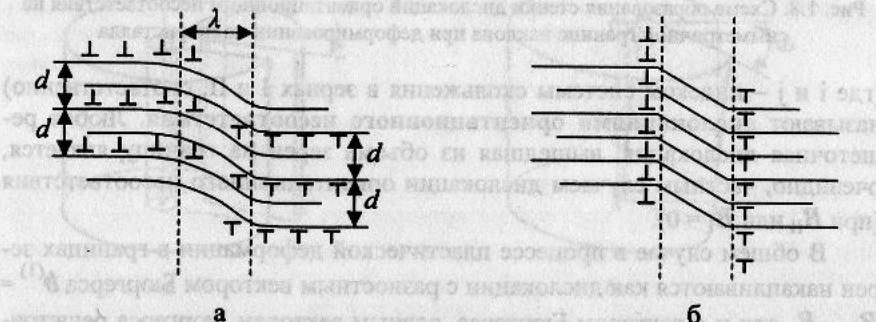


Рис. 1.9. Механизм образования полосы сброса

На рис. 1.10 приведен типичный вид внутризеренной микроструктуры фольги (изначально монокристаллической) меди, деформированной удлинением на 33%. Хорошо видны зерна и границы, возникшие в результате



Рис. 1.10. Границы деформационного происхождения. Просвечивающий электронный микроскоп. $x 20\ 000$

¹ Величина λ определяется внешним напряжением и расстоянием между плоскостями скольжения d . (См., например, Хирт Дж. и Лоте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972. С. 80.)

² Клербо Л.М., Хагривс М.Е., Лоретто М.Х. Внутренняя энергия при возврате и рекристаллизации// Возврат и рекристаллизация металлов. М.: Металлургия, 1986. С. 76.

деформирования.

Другой механизм образования границ зерен деформационного происхождения заключается в ветвлении дискиназий, образующихся на изломах и стыках границ зерен (рис. 1.11).

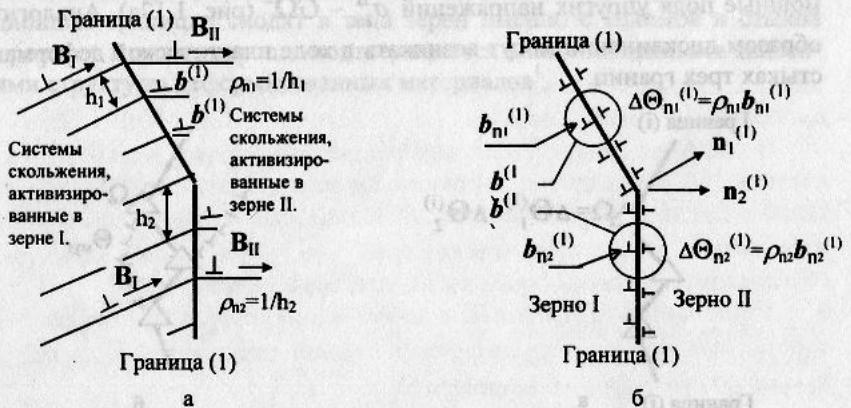


Рис. 1.11. Схема, поясняющая возникновение неодинаковых дополнительных пластических разворотов зерен:

а - возникновение различной плотности дислокаций ориентационного несоответствия на различных участках границы,

б - возникновение различных дополнительных пластических разворотов зерен на разных участках границы

Суть механизма в следующем. В процессе пластической деформации на границах зерен накапливаются дислокации ориентационного несоответствия, вектор Бюргерса которых $b^{(1)} = B_{II} - B_I$, зависит от угла разориентировки границы $\Theta^{(1)}$ и ориентации систем скольжения, действующих в соседних зернах (рис. 1.11а). В общем случае вектор $b^{(1)}$ имеет составляющую $b_n^{(1)}$, нормальную к плоскости залегания границы (1) (рис. 1.11б). Следовательно, стенка дислокаций ориентационного несоответствия вызовет дополнительный разворот этой границы на угол $\Delta\Theta^{(1)} = \rho b_n^{(1)}$, где ρ – плотность дислокаций ориентационного несоответствия, зависящая от степени деформации тела зерен и ориентации границы. Более строгое выражение для дополнительного угла разворота (i)-ой границы $\Delta\Theta^{(i)}$ имеет вид:

$$\Delta\Theta^{(i)} = (\mathbf{n}^{(i)} \times [\hat{\epsilon}]^{(i)} \cdot \mathbf{n}^{(i)}),$$

где $\mathbf{n}^{(i)}$ – единичный вектор нормали к (i)-ой границе, $[\hat{\epsilon}]^{(i)}$ – скачок тензора пластической деформации при переходе через i-ую границу. Как видно из этой формулы, величина $\Delta\Theta^{(i)}$ меняется в зависимости от ориентации (i)-ой границы (в зависимости от ориентации $\mathbf{n}^{(i)}$). Следовательно, если

граница меняет свою ориентацию¹ $n^{(i)}$, то по мере развития пластической деформации на фасетках возникают неодинаковые дополнительные пластические развороты зерен $\Delta\Theta_1^{(i)}$ и $\Delta\Theta_2^{(i)}$. Скачок разворота зерен $\Omega = \Delta\Theta_1^{(i)} - \Delta\Theta_2^{(i)}$ приводит к появлению в изломе дисклинации, создающей мощные поля упругих напряжений $\sigma_{int}^\Delta \sim G\Omega^2$ (рис. 1.12а). Аналогичным образом дисклинации могут возникать в ходе пластической деформации в стыках трех границ.

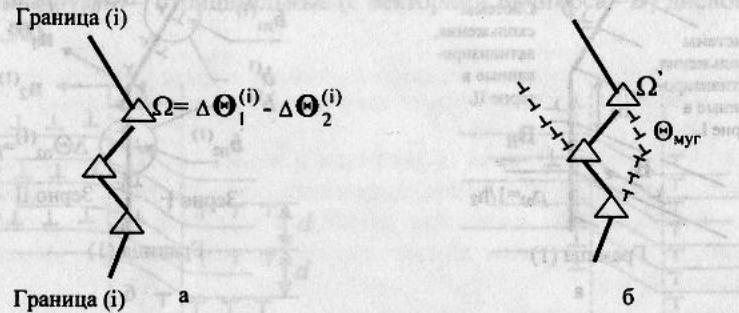


Рис. 1.12. Ветвление дисклинаций:

а - возникновение на изломе границы дисклинации мощностью Ω ,
б - ветвление дисклинаций и фрагментация зерна

Связанные с дисклинациями поля внутренних напряжений σ_{int}^Δ могут релаксировать за счет аккомодационного решеточного скольжения, приводящего к образованию стенки решеточных дисклинаций (т.е. малоугловой границы), выходящей с излома границы или стыка границ зерен в объем одного из зерен (рис. 1.12б). Этот процесс называют ветвлением дисклинации $\Omega' = \Omega + \Theta_{муг}$. Дальнейшая пластическая деформация приводит к увеличению разориентировки малоугловой границы за счет попадания в нее новых решеточных дислокаций и превращению ее в большеугловую границу зерна. Таким образом, по мере пластического деформирования исходное зерно начинает разбиваться на взаимно разориентированные участки (фрагменты). На границах этих фрагментов начинают разыгрываться те же процессы накопления дислокаций ориентационного несоответствия и ветвления дисклинаций, которые протекали ранее на исходных границах зерен. Иными словами, исходные (крупные) зерна поликристалла фрагментируются за счет образования большеугловых границ зерен деформа-

ционного происхождения, а дальнейшая пластическая деформация приводит к измельчению зеренной структуры материала.

Вывод теории о том, что фрагментация поликристаллов начинается на относительно ранних стадиях пластической деформации и идет от исходных границ зерен, причем частичные дисклинации (оборванные дислокационные границы) сходят в тело зерен именно с изломов и стыков межзеренных границ, хорошо подтверждается многочисленными наблюдениями структуры деформированных материалов¹.

¹ Место, где граница меняет ориентацию, называют изломом, а участки границы с различной ориентацией – фасетками.

² Лихачев В.А., Хайров Р.Ю. Введение в теорию дисклинаций. Л.: ЛГУ, 1975. 183 с.

¹ Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.

2. Энергия, запасенная при деформировании, и механизмы ее высвобождения

При пластической деформации материала преобладающая доля работы внешних сил превращается в тепло, а остальная доля энергии накапливается в виде добавочной внутренней запасенной энергии (латентной энергии) W_l . Основная доля этой энергии запасена в возникших при деформации дислокациях, дефектах упаковки и границах зерен. Латентная энергия, запасенная в виде других дефектов кристаллического строения, как правило, незначительна.

В процессе пластической деформации происходит размножение дислокаций, их перемещение, образование неподвижных групп дислокаций (диполей, мультиполей, дисклиниций и т.д.). Все эти процессы, приводят к увеличению плотности дислокаций¹ ρ_b . При этом возрастает и обусловленная дислокациями часть латентной энергии.

Удельная (на единицу длины дислокации) упругая энергия искажений кристаллической решетки, связанных с одной дислокацией E_b , пропорциональна квадрату вектора Бюргерса (B^2):

$$E_b = \frac{GB^2}{4\pi K} \left(\ln \frac{R}{R_0} - 1 \right),$$

где $K = (1 - \nu)$ для краевой дислокации и $K = 1$ для винтовой; G – модуль сдвига; ν – коэффициент Пуассона; R – размер зерна; R_0 – радиус ядра дислокации ($R_0 \approx 4B$). По абсолютной величине упругая энергия краевой дислокации в поликристаллическом алюминии с размером зерен около 100 мкм ($G \approx 27$ ГПа; $R \approx 10^{-4}$ м; $B \approx 10^{-8}$ м) имеет величину порядка $1,6 \cdot 10^{-6}$ Дж/м. В том же материале энергия винтовой дислокации будет примерно на треть меньше.

Латентная энергия, запасенная в границах (в том числе и дефектах упаковки) деформационного происхождения, пропорциональна удельной поверхностной энергии границ γ_i и их длинам L_i .

$$E_\gamma = \sum_{i=1}^m \gamma_i L_i.$$

(m – число границ деформационного происхождения)

Для справки в таблице 2.1 приведены значения удельной поверхностной энергии границ и дефектов упаковки для некоторых материалов. Величины значений γ , указанные в столбце «граница», следует понимать как некоторые средние значения, так как значение энергии границ зерен су-

¹ Плотность дислокаций характеризуется суммарной длиной дислокаций (см), содержащихся в единице объема (1 см^3) материала, и измеряется в см^{-2} .

щественным образом зависит от угла разориентации этих границ (см. рис. 2.1¹).

Таблица 2.1

Удельная поверхностная энергия дефектов упаковки и границ зерен

| Материал | Температура измерения, К | Дефект упаковки ² , γ ($\text{Дж}/\text{м}^2$) | Граница ³ , γ ($\text{Дж}/\text{м}^2$) | γ/γ_0 ⁴ |
|----------|--------------------------|--|--|--------------------------------|
| Алюминий | 620 | >0,2 | 0,405 | 0,355 |
| Никель | 1570 | 0,07-0,1 | 0,728 | 0,396 |
| α-латунь | 970 | 0,03 | 0,550 | 0,333 |
| Fe-3%Si | 1470 | 13 | 0,346 | 0,189 |

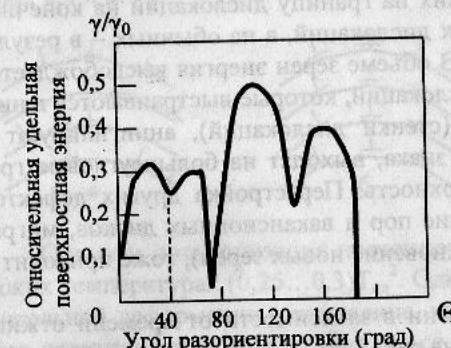


Рис. 2.1. Зависимость энергии границ зерен в алюминии, разориентированных вокруг оси [100], от угла разориентировки Θ . γ – зернограничная энергия, γ_0 – энергия свободной поверхности

Границы, угол разориентировки которых Θ_0 соответствует локальным минимумам энергии на кривой $\gamma/\gamma_0(\Theta)$ (рис. 2.1), называются специальными границами, а угол Θ_0 – специальным углом. Эти границы имеют хорошо упорядоченную периодическую атомную структуру. Если угол разориентировки границ Θ отличается от специального Θ_0 на небольшую величину $\Theta_{\text{муг}}$ ($\Theta_{\text{муг}}=3-5^\circ$), то такие границы называют близкими к специальным. Границы, близкие к специальным, содержат стенки или сетки зернограничных дислокаций, обеспечивающих отклонение их разориентировки от специальной на угол $\Theta_{\text{муг}}$ ⁴. Частным случаем близких к специальным границ являются малоугловые границы, представляющие собой стенки или сетки решеточных дислокаций. Границы, разориентировка которых

¹ Кайбышев О.А., Валиев Р.З. Границы зерен и свойства металлов. М.: Металлургия, 1987. С. 19.

² Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1967. С. 21.

³ Мисолов В. Поверхностная энергия раздела фаз в металлах. М.: Металлургия, 1978. С. 119.

⁴ Орлов А.Н., Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Границы зерен в металлах. М.: Металлургия, 1980. 153 с.

отличается от специальной на угол, превышающий $\Theta_{\text{муг}}$, называются **обычными большеугловыми границами**.

Атомная структура обычных большеугловых границ (в отличие от специальных) не имеет дальнего порядка (неупорядоченная). Различия в атомном строении специальных и обычных границ зерен обусловливают и их существенные различия в энергии и свойствах. В частности, обычные границы зерен, по сравнению со специальными, имеют значительно большую миграционную подвижность, диффузионную проницаемость, меньшее сопротивление зернограничному проскальзыванию.

При нагреве деформированного материала латентная энергия начинает высвобождаться. На специальных границах высвобождение происходит в результате диссоциации попавших на границу дислокаций на конечное число дискретных зернограничных дислокаций, а на обычных – в результате делокализации¹ дислокаций. В объеме зерен энергия высвобождается при перестройках решеточных дислокаций, которые выстраиваются в низкоэнергетические конфигурации (стенки дислокаций), аннигилируют с дислокациями противоположного знака, выходят на большеугловые границы зерен или свободную поверхность. Перестройка других дефектов (объединение вакансий, образование пор и вакансационных дисков, миграция большеугловых границ, возникновение новых зерен), тоже приводит к уменьшению запасенной энергии.

Величина выделившейся энергии в зависимости от времени отжига меди чистоты 99,999 % приведена на рис. 2.2².

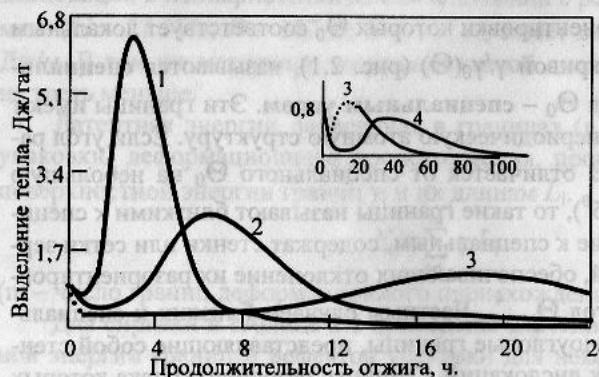


Рис. 2.2. Кинетика выделения тепла в меди чистотой 99,999 % (вес), деформированной растяжением на 30%. Температура отжига: 1 – 462,9 K; 2 – 453,7 K; 3 – 442,9 K; 4 – 438,8 K

¹ Делокализацией называют континуальное расширение ядра дислокации в границе. При наблюдении этого процесса в просвечивающем электронном микроскопе наблюдают постепенное расширение и ослабление контраста от дислокации вплоть до его полного исчезновения.

² Gordon P. Trans. AIME, 1955, 203. P. 1043; Gordon P. Rev. Sci. Inst., 1954, 25. P. 1173.

Обработку материала, приводящую к уменьшению латентной энергии, (любую обработку, а не только нагрев), называют **отжигом**.

Изменения, происходящие с дефектной (в основном дислокационной) структурой при отжиге деформированного материала, не связанные с появлением окруженных большеугловыми границами областей, свободных от дислокаций, с зарождением новых зерен или миграцией большеугловых границ зерен называют **возвратом** (первый перегиб кривых 1-4 на рис. 2.2). В случае, если преобладающим механизмом возврата является аннигиляция дислокаций разного знака, принято говорить о том, что материал претерпевает стадию **отдыха**. В другом случае, если таковыми является образование дислокационных стенок, говорят о стадии **полигонизации** (рис. 2.3 и 2.4¹).

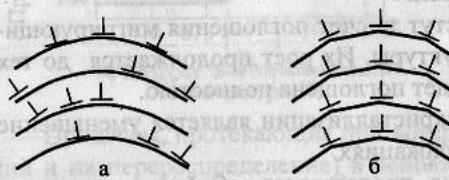


Рис. 2.3. Схема полигонизации:
а – хаотическое распределение краевых дислокаций в деформированном кристалле;
б – дислокационные стенки после полигонизации

Отдых и полигонизация протекают обычно одновременно при невысоких температурах ($0,25 \dots 0,3 T_{\text{пл}}$)². Однако в зависимости от вида предварительной деформации (растяжение, изгиб, и др.) и других факторов³ может преимущественно осуществляться та или иная стадия возврата материала.



Рис. 2.4. Субзерна в отожженном листе алюминия. $\times 100$

¹ Lancombe P., Beaujard L. J. Inst. Metals, 1947, v. 74, N 1.

² $T_{\text{пл}}$ – температура плавления в градусах Кельвина.

³ Kimura H. Maddin R. Quench hardening in metals. Amsterdam, North-Holland, 1971.

Начиная с определенной температуры, T_p (для железа около 800 К) в деформированной матрице можно обнаружить зерна, свободные от дислокаций и отделенные от соседей большеугловыми границами (такие зерна мы будем называть рекристаллизованными), миграцию границ и коалесценцию субзерен¹. Эти процессы объединяют понятием «рекристаллизация» (второй перегиб кривых 1-4 на рис. 2.2).

Процесс рекристаллизации разбивают на три этапа: первичную рекристаллизацию, собирательную рекристаллизацию и вторичную рекристаллизацию.

Понятие первичной рекристаллизации включает в себя две стадии:

- появление рекристаллизованных зерен
 - рост рекристаллизованных зерен.

Рекристаллизованные зерна растут за счет поглощения мигрирующими границами зерен дефектной структуры. Их рост продолжается до тех пор, пока дефектная структура не будет поглощена полностью.

Движущей силой первичной рекристаллизации является уменьшение латентной энергии, запасенной в дислокациях.

Собирательная рекристаллизация представляет собой процесс миграции большеугловых границ и «поедание» одних зерен другими. (Рост зерна происходит исключительно путем перемещения его границы, а не коалесценцией соседних зерен, как это происходит при объединении двух капелек воды.) Этот процесс называют также **нормальным ростом зерен**. При собирательной рекристаллизации все границы мигрируют приблизительно с одинаковой скоростью, что проявляется в том, что в любой момент времени средний размер зерен на разных участках образца примерно одинаков.²

Движущими силами этого процесса являются силы поверхностного натяжения. Если в стыках зерен устанавливается равновесие сил поверхностного натяжения, процесс собирающей рекристаллизации прекращается.

Понятие вторичной рекристаллизации включает в себя процессы, обеспечивающие миграцию лишь небольшой части большеугловых границ. При этом отдельные зерна достигают весьма значительных, по сравнению с остальными зернами, размеров. Вторичную рекристаллизацию иногда называют **аномальным ростом зерен** или **огрублением зерна**.

Движущей силой сорбирательной рекристаллизации является уменьшение поверхностной энергии границ зерен.

Отметим, что поскольку механические свойства материала зависят от его дефектной структуры, то при отжиге они также претерпевают изменения. На рис. 2.5¹ приведены зависимости предела прочности σ_b и пластичности δ от температуры отжига. См. также приложение 2.

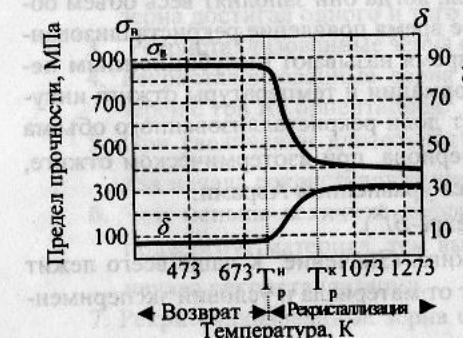


Рис. 2.5. Зависимость предела прочности σ_b и пластичности δ от температуры нагрева деформированного железа

Процессы, протекающие при возврате (изменение плотности дислокаций и их перераспределение), в основном понятны, и довольно подробно рассмотрены в литературе, в то же время процессы, характеризующие рекристаллизацию, требуют подробного изучения. Например, до сих пор нет единого мнения о механизмах появления рекристаллизованных зерен, не установлена однозначная связь между текстурами деформации и отжига, не совсем ясны движущие силы вторичной рекристаллизации, и т.д. Поэтому в настоящем учебном пособии мы не будем касаться процессов, протекающих при возврате, а основное внимание уделим рекристаллизации.

'Объединение участков зерен, разделенных малоугловыми границами.

² Иногда (обычно, в старой литературе) первичную и собирательную рекристаллизацию рассматривают как один процесс, который называют либо рекристаллизацией обработки, либо первичной рекристаллизацией, что вносит некоторую терминологическую путаницу.

¹ Р.К. Мозберг. Материаловедение. М.: Высшая школа, 1991. С. 58.

3. Первичная рекристаллизация

3.1. Кинетика рекристаллизации

Первичная рекристаллизация начинается с момента появления рекристаллизованных зерен и заканчивается, когда они заполнят весь объем образца. После начала отжига некоторое время появление рекристаллизованных зерен не обнаруживаются. Это время называют **инкубационным периодом**. С увеличением степени деформации и температуры отжига инкубационный период уменьшается. Рост доли рекристаллизованного объема X_v образца, после инкубационного периода, при изотермическом отжиге, весьма удовлетворительно описывается уравнением Аврами:

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^k)$$

где B и k – постоянные, t время отжига. (Значение k чаще всего лежит между 1 и 4. Точная величина зависит от материала и условий эксперимента).

Скорость рекристаллизации (приращение рекристаллизованного объема в единицу времени) нарастает до максимальной величины, а затем снижается. Затухание первичной рекристаллизации связывают с прекращением роста все большего числа рекристаллизованных зерен из-за их со-прикосновения между собой (рис. 3.1¹).



Рис. 3.1. Кинетика первичной рекристаллизации при разных температурах в алюминии чистотой 99,96 % после растяжения на 10 %

3.2. Закономерности первичной рекристаллизации

Огромное количество накопленной более чем за стотридцатилетний период экспериментальной информации, касающейся первичной рекристаллизации, может быть кратко обобщено в виде следующих закономерностей².

¹ Anderson W.A., Mehl R.F. Trans. AIME, 1945, v. 161, s. 140.

² Burke J.E., Trubull P. Успехи физики металлов. Т. 1. Металлургиздат, 1956. С. 386. Или см. Кан Р.У. Возврат и рекристаллизация. // Физическое металловедение. Т. 3. Физико-механические свойства металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1987. С. 450. (Кан выделяет в процессе первичной рекристаллизации 8 закономерностей (законов). Однако закон №6 (по Кану) относится к динамической рекристаллизации, а № 8 - вторичной. В этом учебном пособии приведены 6 (первых) закономерностей, взятых из Андерсона и Бурке, и добавлена, на наш взгляд, очевидная 7-ая, которая совместно с 3-ей использована в понятии «рекристаллизованное зерно»).

1. Существует пороговая (минимальная) деформация $\varepsilon_{\text{пор}}$, необходимая для того, чтобы при отжиге началась рекристаллизация.
2. Чем больше размер исходного зерна в материале, тем выше должна быть величина предварительной деформации, чтобы при заданных температуре T и времени отжига t размер рекристаллизованного зерна достигал одного и того же значения.
3. Рекристаллизованные зерна свободны от дислокаций.
4. Рекристаллизованные зерна не растут внутрь деформированных зерен с той же ориентацией.
5. При увеличении длительности отжига температура T_p , требуемая для начала рекристаллизации, уменьшается.
6. Чем меньше величина деформации, которой предварительно был подвергнут материал, тем выше температура T_p , необходимая для начала рекристаллизации.
7. Рекристаллизованные зерна отделены от соседей большеугловыми границами.

3.3. Теоретические представления о механизмах возникновения рекристаллизованных зерен

Для объяснения этих экспериментальных закономерностей было разработано большое число различных моделей, которые можно разделить на две группы. Одна из них представляет первичную рекристаллизацию как освобождение объема отдельных зерен от дислокаций и дальнейший рост этих зерен, другая – как зарождение в деформированной матрице новых зерен, с кристаллографической ориентацией, отличной от ориентации окружающих их соседей, и их дальнейший рост. Рассмотрим некоторые, наиболее интересные из них.

3.3.1. Возникновение рекристаллизованных зерен путем развития зародышей, изначально присутствовавших в деформированном материале

Все модели возникновения рекристаллизованных зерен путем развития зародышей, изначально присутствовавших в деформированном материале, предполагают, что во время отжига свободная от дислокаций область возникает либо благодаря росту одного из субзерен и преобразованию окружающих его малоугловых границ в большеугловые, либо благодаря росту наименее деформированного зерна за счет соседей, содержащих большую плотность дислокаций.

В литературе по рекристаллизации чаще всего появление рекристаллизованных зерен объясняют на основе механизмов превращения мало-

угловые границы в большеугловую. Типичная схема возникновения рекристаллизованного зерна путем такого превращения¹ показана на рис. 3.2.



Рис. 3.2. Возникновение рекристаллизованного зерна посредством роста субзерен. Малоугловые границы субзерен, содержащие множество дислокаций (показанных точками), при миграции увеличивают свою разориентированность

В процессе возврата небольшая область в результате переползания и перестройки дислокаций превращается в свободную от дислокаций ячейку, окруженную малоугловыми границами (субзерено). При росте такого субзерна (одного из субзерен на рис. 2.4), в малоугловые границы из поглощаемого объема попадают дислокации. Некоторые из них претерпевают аннигиляцию, другие встраиваются в малоугловую границу, вызывая тем самым увеличение плотности дислокаций и, следовательно, увеличивая угол ее разориентации $\Theta_{\text{муг}}$.

Движущей силой роста субзерен по этой модели является разность значений полной энергии дислокаций, хаотично распределенных в объеме, и полной энергии дислокаций, встроенных в малоугловую границу.

Таким образом, растущее субзерно, по мере того как его граница захватывает все больше дислокаций, постепенно становится все более разориентированным по отношению к соседям. Наконец, угол разориентации границы $\Theta_{\text{муг}}$ приблизится к $\Theta_{\text{муг}}^{\max}$, такому, при котором начинает происходить превращение малоугловой границы в межзеренную большеугловую границу². Область, которую прошли мигрирующие малоугловые границы,

¹ Cahn R.W. In: Recrystallisation, grain growth and textures. Ohio, ASM, Metals Park, and L., Chapman & Hall, 1969, p. 99.

² При $\Theta_{\text{муг}} > \Theta_{\text{муг}}^{\max}$ ядра дислокаций, составлявших малоугловую границу, теряют устойчивость и сливаются. При этом существенным образом изменяются как структура, так и свойства границы. В частности, в большеугловой границе при температурах $T > 0,35 T_{\text{пл}}$ начинается процесс делокализации дислокаций, и при движении она будет поглощать (захватывать и делокализовать) встретившиеся дислокации, выделяя запасенную ими латентную энергию. Превращение малоугловых границ в большеугловые приводит к резкому возрастанию скорости выделения латентной энергии, в результате чего следует ожидать ускорения роста зерен.

становится свободной (или почти свободной) от дислокаций, и если окружающие ее малоугловые границы превратятся в большеугловые, то можно утверждать, что возникло рекристаллизованное зерно.

Рекристаллизованное зерно может возникнуть так же в результате коалесценции субзерен¹. Такой процесс возможен в начале отжига, на стадии полигонизации (рис. 2.3), когда один из полигонов начинает расти, и поглощает соседей. При слиянии малоугловые границы преобразуются в большеугловые. При этом рекристаллизованное зерно будет свободно от дислокаций.

Рассмотрим еще одну модель возникновения рекристаллизованных зерен путем миграции небольших (порядка 1 мкм) участков высокоугловой границы с образованием выступов, «языков» (рис. 3.3).

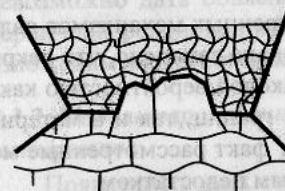


Рис. 3.3. Схема образования выступа на границе путем ее миграции

Движущей силой миграции границ в этой модели является разность объемных энергий деформированных участков по обе стороны от границы, которая продвигается в зерно с большей плотностью дислокаций. Разная объемная плотность дислокаций и, соответственно, разная объемная энергия сверху и снизу от большеугловой границы обусловлена неодинаковой протяженностью границ субзерен (в верхнем зерне протяженность малоугловых границ, а, следовательно, и плотность дислокаций, выше, чем в нижнем). Продвигающаяся вверх граница «выметает» на своем пути дефекты решетки в более деформированном (верхнем) зерне. Увеличение поверхностной энергии при образовании «языка» компенсируется уменьшением латентной энергии.

Участком, от которого начинается выгибание большеугловой границы, может быть сравнительно крупное и совершенное субзерно. Образованию выступа может предшествовать также коалесценция субзерен вблизи высокоугловой границы (см., например, рис. 3.4).

Микровыступ, «проникший» в соседнее зерно, отличаясь от него пониженной плотностью дислокаций и соответственно меньшей объемной энергией, способен к быстрому росту во все стороны путем миграции своей большеугловой границы. На микроучастке, откуда началось формирование рекристаллизованного зерна, граница может остаться малоугловой или же здесь постепенно будет набрана большеугловая разориентировка.

¹ Li J.C.M. // J. Appl. Phys. 1962, V. 33. P. 2958.

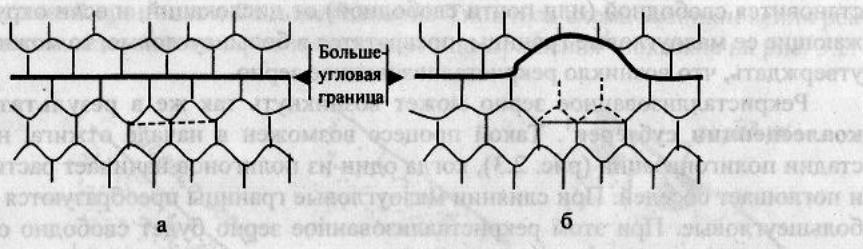


Рис. 3.4. Схема формирования выступа коалесценцией субзерен около большеугловой границы:

а – до коалесценции,
б – после коалесценции субзерен и миграция участка большеугловой границы

Необходимым условием реализации рассмотренных механизмов является наличие малоугловых границ (субзерен). Однако замечено, что рекристаллизованные зерна появляются почти с одинаковой вероятностью как в материалах с высокой плотностью малоугловых границ, так и в материалах, где малоугловые границы отсутствуют. Этот факт рассмотренные модели объяснить не могут, что является их основным недостатком.

Этого недостатка лишена модель, согласно которой рекристаллизованные зерна возникают в областях с сильной локальной кривизной решетки деформированных зерен. Эти области обнаруживаются в переходных полосах (полосах изгиба или сдвига) и вблизи достаточно крупных (размером более 0,5 – 1 мкм) частиц второй фазы. Здесь возникает сравнительно плавное, хотя и сильное изменение кристаллографической ориентации (рис. 1.9а и 3.5а), которое при отжиге как бы сгущается, сосредоточиваясь в виде малоугловых границ (рис. 1.9б и 3.5б). Так формируется субзерно, кристаллографическая ориентация которого, так же, как и в ранее рассмотренных моделях, уже присутствовала в деформированной матрице.

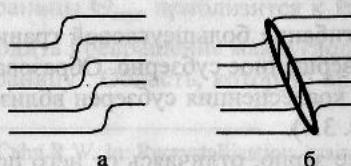


Рис. 3.5 Схема образования субзерна в полосе изгиба кристаллической решетки (полосе сброса):
а – изгиб решетки до образования субзерна,
б – субзерно, возникшее в процессе отжига

Эти субзерна растут за счет соседей, утолщаясь в направлении поперек переходной полосы. Утолщение происходит путем выпучивания отдельных участков продольной границы субзерна. Поперек переходной полосы существует сильное изменение кристаллографической ориентации решетки, поэтому рост субзерна постепенно приводит к превращению малоугловой границы в большеугловую, т.е. к формированию рекристаллизованного зерна.

Рассмотренная схема очень формализована, но она правильно отражает механизм возникновения рекристаллизованного зерна в тех местах деформированной матрицы, где произошло сильное изменение кристаллографической ориентации.

Иногда возникновение рекристаллизованных зерен объясняют просто как рост наименее деформированных зерен, изначально присутствовавших в деформированной матрице. В процессе роста эти зерна поглощают более деформированных соседей, высвобождая заключенную в дислокациях латентную энергию.

В качестве итога рассмотрения механизмов появления рекристаллизованных зерен путем развития зародышей, изначально присутствовавших в деформированной матрице, следует отметить, что на основе этих моделей невозможно дать объяснение всем экспериментальным закономерностям первичной рекристаллизации (например, 2 и 4), следовательно, наряду с изложенными механизмами, должны действовать и другие.

3.3.2. Модели зарождения новых зерен при отжиге деформированных материалов

Появление новых зерен, часто обнаруживаемое при отжиге деформированного материала при температуре выше T_g^* , объясняют следующим образом. Флуктуационная модель¹, описанная практически во всех учебниках по рекристаллизации, трактует зарождение как спонтанное возникновение нового зерна внутри сильно деформированной матрицы. Зарождение по такому механизму возможно, если энергия, необходимая для образования поверхностей раздела между новым зерном и матрицей, будет равна разности между энергиями деформации на единицу объема до начала и после завершения рекристаллизационного отжига. Тщательные расчеты², проведенные через 15 лет после появления этой модели, показали, что для образования зародыша с критическим размером около $6 \cdot 10^{-10}$ м, потребуется аномально большая флуктуация локальной деформации (20 %). И даже при таких условиях наиболее вероятной ориентировкой зародыша будет ориентировка, близкая к ориентировке матрицы (такая ориентировка обеспечивает возникновение лишь низкоэнергетических малоугловых границ).

И хотя эта модель объясняет существование значительного инкубационного периода, так как именно в этот период происходят последовательные термические флуктуации, которые завершаются возникновением избыточной энергии, и, кроме того, может дать качественное объяснение 1,

¹ Бурке Дж., Турнбалл Д. Рекристаллизация и рост зерен. // Успехи физики металлов. Т. 1. М.: Металлургиздат, 1956. С. 368.

² Вутне J.G. Recovery, recrystallisation and grain growth. L.: Macmillan, 1965.

3,5 и 6 закономерностям, однако она не объясняет самого главного – появления зерен, окруженных большеугловыми границами (закономерность 7).

Единственной моделью, более или менее удовлетворительно объясняющей почти все закономерности первичной рекристаллизации, является, на наш взгляд, модель, согласно которой **рекристаллизованные зерна возникают в результате расщепления высокоугловых границ**¹. Схема возникновения рекристаллизованных зерен по этой модели представлена на рис. 3.6.

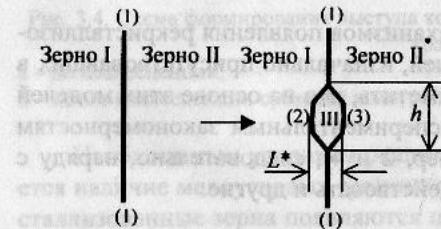


Рис. 3.6. Схема, поясняющая образование рекристаллизованного зерна III путем расщепления участка h границы (1) на две новые границы (2) и (3)

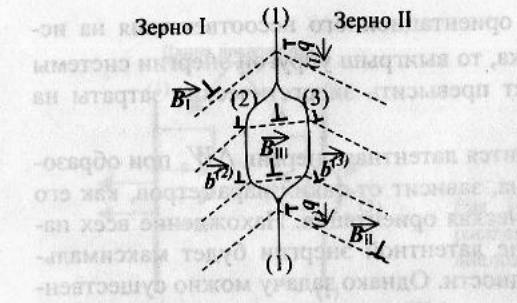
Движущей силой расщепления границ зерен служит выигрыш упругой энергии ΔE_b системы при диссоцииации дислокаций ориентационного несоответствия, возникших на исходной границе (1) в процессе предварительной пластической деформации (см. п. 1.3). Если энергетические затраты ΔE_γ ² на образование новых границ (2) и (3) окажутся меньше, чем выигрыш упругой энергии ΔE_b , возникший в результате диссоциации дислокаций, то образование нового зерна путем расщепления границ окажется энергетически выгодным процессом, приводящим к уменьшению латентной энергии на величину $\Delta W_L = \Delta E_b + \Delta E_\gamma < 0$. ($\Delta W_L = W_L^{(после расщепления)} - W_L^{(до расщепления)}$)

Рассмотрим процесс образования рекристаллизованного зерна III по этой модели.

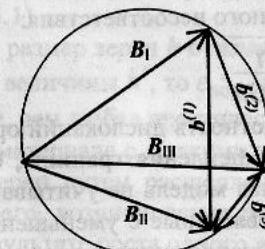
Предположим, что в результате деформирования образца на границе (1) возникла стенка дислокаций ориентационного несоответствия (рис. 1.8) с вектором Бюргерса $b^{(1)}$. При расщеплении такой границы находящиеся на ней дислокации должны диссоциировать на дислокации ориентационного несоответствия новых границ (2) и (3) (рис. 3.7).

¹ Перевезенцев В.Н., Щербан М.Ю. Деформационно - стимулированное расщепление обычных границ зерен// Письма в ЖТФ, 1978. Т. 13. Вып. 2. С. 75.

² $\Delta E_\gamma = E_\gamma^{(2)} + E_\gamma^{(3)} - E_\gamma^{(1)}$. Здесь $E_\gamma^{(2)}$ – поверхностная энергия границы (2), $E_\gamma^{(3)}$ – поверхностная энергия границы (3), $E_\gamma^{(1)}$ – поверхностная энергия расщепившегося участка границы (1).



Очевидно, что диссоциация дислокаций с вектором Бюргерса $b^{(1)}$ на дислокации с векторами Бюргерса $b^{(2)}$ и $b^{(3)}$ новых границ (2) и (3) возможна, если векторы $b^{(2)}$ и $b^{(3)}$ представляют собой линейные комбинации векторов Бюргерса решеточных дислокаций зерен I, III и II, III соответственно. В противном случае движение этих дислокаций, осуществляющееся по мере зарождения и роста нового зерна III, приведет к генерации дефектов упаковки в кристаллической решетке этого зерна. Легко убедиться, что указанному требованию удовлетворяет реакция диссоциации дислокаций ориентационного несоответствия исходной границы (1) на дислокации ориентационного несоответствия границ (2) и (3) (рис. 3.8). Действительно, если рассмотреть уже расщепленную конфигурацию, то прохождение сдвига из зерна I в зерно II приведет к появлению на границах (2) и (3) дислокаций ориентационного несоответствия с разностными векторами $b^{(2)} = B_{III} - B_1$ и $b^{(3)} = B_{II} - B_{III}$, удовлетворяющими равенству: $b^{(1)} = b^{(2)} + b^{(3)}$.



Величина и направление векторов Бюргерса $b^{(1)}, b^{(2)}$ и $b^{(3)}$, участвующих в реакции диссоциации $b^{(1)} = b^{(2)} + b^{(3)}$, зависит от геометрии скольжения в зернах I и II и ориентации нового зерна III (векторов Бюргерса решеточных дислокаций зерна III B_{III}). При определенном их сочетании диссоциация дислокаций ориентационного несоответствия исходной границы сопровождается уменьшением упругой энергии дислокаций. И

если плотность $\rho_b^{(1)}$ дислокаций ориентационного несоответствия на исходной границе достаточно высока, то выигрыш упругой энергии системы при расщеплении границы может превысить энергетические затраты на создание новых границ.

Величина, на которую изменится латентная энергия ΔW_l при образовании рекристаллизованного зерна, зависит от таких параметров, как его размер, форма и кристаллографическая ориентация. Нахождение всех параметров, при которых изменение латентной энергии будет максимальным, встречает значительные трудности. Однако задачу можно существенно упростить, если предположить, что ΔW_l не зависит от формы и ориентации¹ нового зерна. В таком достаточно грубо приближении можно найти ширину L^* рекристаллизованного зерна III (рис. 3.6), при которой энергетические затраты, необходимые для образования новых поверхностей (границ зерен), окажутся равными выигрышу упругой энергии, возникшему в результате диссоциации зернограничных дислокаций²:

$$L^* = K h + \frac{\gamma}{G \rho_b^{(1)} b^2} - \frac{C}{\rho_b^{(1)}}.$$

Здесь K и C - коэффициенты, зависящие от геометрии расщепления, ρ_b - плотность дислокаций ориентационного несоответствия на исходной границе, длина расщепившейся части которой равна h .

Полагая $L^* > 0$, легко отыскать область значений $\rho_b^{(1)}$ и h , при которых расщепление границы становится энергетически выгодным процессом. При реальных значениях $\rho_b^{(1)} = 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ третьим слагаемым можно пренебречь ($C \approx 1$), и записать энергетический критерий расщепления в виде условия на плотность дислокаций ориентационного несоответствия:

$$\rho_b^{(1)} > \rho_b^* \approx \frac{1}{b} \sqrt{\frac{\gamma}{KGh}}.$$

Отметим, что в реальных условиях плотность дислокаций ориентационного несоответствия, требуемая для расщепления границы, будет несколько меньше, поскольку рассматриваемая модель не учитывает другие движущие силы расщепления, например, связанные с уменьшением длин решеточных дислокаций, попавших на расщепляющуюся границу при деформировании (рис. 3.9).

¹ Если удастся отыскать зависимость латентной энергии ΔW_l при образовании нового зерна, не только от его размера, но и от кристаллографической ориентации, то тем самым будет установлена связь кристаллографической ориентации новых зерен, возникших в процессе первичной рекристаллизации, с кристаллографической ориентацией исходных зерен. Другими словами, будет установлена аналитическая связь текстур рекристаллизации с текстурами деформации.

² Perevezentsev V.N., Shcherban M.Yu. Energetic Criterion for the Nucleation of Grains during Grain-Boundary Dissociation. Phys. stat. sol. (a), 1985, v. 88, p. 421.



Рис. 3.9. Схема возникновения движущих сил расщепления, связанных с уменьшением длин дислокаций

В частности, если участок границы длины h пересекает полоса скольжения и на границе образуется стенка дислокаций ориентационного несоответствия длины h с плотностью дислокаций $\rho_b^{(1)} = \Psi \varepsilon / b$ ($\Psi \approx 0,1$; ε - деформация в полосе скольжения), условие расщепления границы будет иметь вид:

$$\varepsilon > \varepsilon_{\text{пор}} \approx \frac{1}{\Psi} \sqrt{\frac{\gamma}{KGh}}.$$

(В случае однородной деформации величина h приобретает смысл размера зерна $h = R$).

Согласно этому условию, в материале, деформированном на величину менее $\varepsilon_{\text{пор}}$, новые зерна зародиться не могут, и, следовательно, первичная рекристаллизация не наблюдается (закономерность 1).

Рассчитанная на основе этого выражения величина $\varepsilon_{\text{пор}}$, совпадает с экспериментальными значениями, измеренными на различных материалах (см. таб. 3.1).

Если размер зерен h отжигаемого материала меньше некоторой определенной величины h^* , то $\varepsilon_{\text{пор}}$, найденное по этой формуле, всегда окажется больше, чем любая практически достижимая деформация ε . Это означает, что в материале с мелкими зернами зарождение новых рекристаллизованных зерен путем расщепления границ маловероятно. В этом случае, скорее всего, возникновение рекристаллизованных зерен будет происходить в результате роста одного из наименее деформированных зерен.

На основе этой модели удается объяснить и некоторые другие закономерности первичной рекристаллизации. Например, закономерность 3 вытекает из возможности самосогласования дислокационных реакций на новых границах (2) и (3).

Если границы (2) и (3) (рис. 3.7) мигрируют в зерна I и II, и в процессе миграции встречают решеточные дислокации с векторами Бюргерса - B_I и B_{II} , то, попав в границы, эти решеточные дислокации могут диссоциировать на дислокации ориентационного несоответствия границ (2) и (3) $b^{(2)}$ и $b^{(3)}$ и решеточные дислокации нового зерна III - B_{III} и B_{III} . Двигаясь по

плоскостям скольжения зерна III, они могут встретиться и аннигилировать.

Таблица 3.1
Теоретические и экспериментальные значения $\frac{\varepsilon_{\text{пор}}(R_1)}{\varepsilon_{\text{пор}}(R_2)}$

| Источник информации | Материал | Экспериментальные данные | | | Теоретические данные |
|--|-----------------------|--|--|---|----------------------|
| | | Средний размер зерен образца R , мкм | Величина пороговой деформации $\varepsilon_{\text{пор}}$, % | $\frac{\varepsilon_{\text{пор}}(R_1)}{\varepsilon_{\text{пор}}(R_2)}$ | |
| Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978, | c. 279 Алюминий | 150 | 2,3 | 2,3 | 2,23 |
| | | 770 | 1,0 | | |
| | c. 282 Никель-хром | 75 | 2,5 | 2,5 | 1,5 |
| | | 170 | 1,0 | | |
| | c. 282 ХН38ВТ | 75 | 2,0 | 2,0 | 1,83 |
| | | 250 | 1,0 | | |
| | c. 282 12Х18Н9Т | 75 | 6,0 | 1,5 | 1,63 |
| | | 200 | 4,0 | | |
| | c. 282 Железо | 75 | 6,5 | 1,5 | 1,44 |
| | | 170 | 4,5 | | |

В результате таких перестроек, вместо двух решеточных дислокаций B_{II} и B_I , на границах (2) и (3) возникнут две дислокации ориентационного несоответствия с векторами Бюргерса $b^{(2)}$ и $b^{(3)}$. При этом новое зерно III окажется свободным от решеточных дислокаций.

Отметим, что ориентация нового зерна III не может совпадать с ориентацией одного из исходных зерен I или II. При таком совпадении вектор Бюргерса решеточной дислокации нового зерна B_{III} окажется равным вектору Бюргерса решеточной дислокации одного из исходных зерен B_{II} или B_I и мы ни при каких условиях не сможем получить энергетически выгодную диссоциацию зернограничных дислокаций исходной границы (1) $b^{(1)}$ на зернограничные дислокации вновь образовавшихся границ (1) и (2) $b^{(2)}$ и $b^{(3)}$. Именно поэтому новое зерно никогда не прорастает внутрь деформированных зерен с той же ориентацией (закономерность 4).

3.4. Температура начала рекристаллизации

Температура, при которой начинают появляться рекристаллизованные зерна, называется температурой начала первичной рекристаллизации. Эта

температура T_p^* , не является физической константой, такой как точка плавления, она зависит от времени отжига, что вытекает из анализа рис. 3.1. Если время отжига составляет 1000 мин, то при 598, 623 и 643 К первичная рекристаллизация успевает полностью закончиться, а при 583 К она еще только начинается. При времени отжига 10 мин начало рекристаллизации фиксируется только при 643 К, а при более низких температурах новые зерна вообще не обнаруживаются. Следовательно, при длительности отжига 1000 мин $T_p^* = 583$ К, а при 10 мин $T_p^* = 643$ К.

С позиции модели образования рекристаллизованных зерен путем расщепления границ этот экспериментальный факт можно объяснить тем, что хотя энергия системы при расщеплении границы и зарождения нового зерна размером $L > L^*$ уменьшается, начальная энергия этого процесса (дорастание зародыша до размера $L > L^*$) сопряжена с преодолением энергетического барьера. Этот барьер может быть преодолен в результате термических флуктуаций. Для возникновения флуктуаций требуется некоторое время, которое уменьшается с повышением температуры. Кроме того, при повышении температуры увеличивается подвижность границ и дислокаций, а увеличение длительности отжига дает возможность дислокациям завершить позиционные перестройки и «подготовиться» к последующей диссоциации. Поэтому увеличение длительности отжига увеличивает вероятность расщепления границ и образование зародышей новых зерен может происходить при более низкой температуре отжига (закономерность 5).

С увеличением времени отжига сильно деформированного металла температура начала его рекристаллизации T_p^* снижается, достигая приблизенно постоянной величины через 1-2 ч отжига. Наиболее низкая температура начала рекристаллизации металла или сплава, соответствующая большим деформациям (более 60-70 %) и времени отжига 1-2 ч, в определенной мере может служить характеристикой материала. Эту температуру T_{pr} называют температурным порогом рекристаллизации. С повышением чистоты металла температурный порог рекристаллизации T_{pr} снижается (см. таб. 3.2).¹

Таблица 3.2.
Связь чистоты материала и температурного порога рекристаллизации

| | | | | |
|--------------|------|------|-------|---------|
| Чистота Al | 99,7 | 99,9 | 99,99 | 99,9992 |
| T_{pr} , К | 513 | 473 | 373 | 228 |

¹ Примеси, располагающиеся вблизи дислокаций (атмосфера Котрелла), понижают энергию системы, стабилизируют дислокации на границах и, в конечном итоге, затрудняют их диссоциацию, необходимую для расщепления границы.

Между температурным порогом рекристаллизации $T_{\text{пр}}$ и температурой плавления $T_{\text{пл}}$ металла имеется простое соотношение: рекристаллизация начинается при температуре, составляющей одинаковую для всех металлов долю от температуры плавления по Кельвину, а именно:

$$T_{\text{пр}} = (0,3 - 0,4) T_{\text{пл}}.$$

Коэффициент 0,3-0,4 в этой формуле относится к металлам сравнительно высокой технической чистоты (около 99,99 %). Для особо чистых металлов $T_{\text{пр}} = (0,25 - 0,3) T_{\text{пл}}$.

Другой фактор, сильно влияющий на температуру начала рекристаллизации, - степень предварительной деформации. С увеличением деформации температура начала рекристаллизации T_p^* снижается (рис. 3.10). Объясняется это тем, что с увеличением предварительной деформации растет плотность зернограничных дислокаций, диссоциация которых при расщеплении границы приведет к более значительному понижению энергии поликристалла, то есть к возрастанию термодинамического стимула рекристаллизации (закономерность 6).

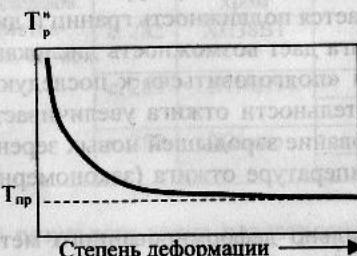


Рис. 3.10. Влияние степени деформации на температуру начала рекристаллизации

3.5. Рост рекристаллизованных зерен при первичной рекристаллизации

Рост зерна в процессе первичной рекристаллизации сопровождается уменьшением латентной энергии. Это уменьшение, отнесенное к единице объема поликристалла, называется термодинамической движущей силой процесса $F_{\text{дв}}$. Если, несмотря на действие движущей силы, роста зерен не происходит, считают, что действует термодинамический фактор, препятствующий их росту, его называют тормозящей силой F_t . Если стремление к росту зерен отсутствует, то есть движущая сила равна нулю, тормозящая сила не возникает. Таким образом, в поликристалле действует некоторая эффективная движущая сила F^* , которая удовлетворяет условию:

$$F^* = \begin{cases} F_{\text{дв}} - F_t, & \text{если } F_{\text{дв}} > F_t, \\ 0, & \text{если } F_{\text{дв}} \leq F_t. \end{cases}$$

В поликристалле, где имеется сложная система границ с различной разориентировкой, энергией и подвижностью, связанных к тому же линиями тройных стыков, изменения этой системы должны быть локально согласованными. Поэтому движение одних границ нельзя рассматривать в отрыве от других. Тем не менее закономерности процесса роста зерна проще понять на примере рассмотрения миграции одиночной границы.

Поисхождение движущей силы миграции границы может быть самым разнообразным.

1. Если граница искривлена, то атомы на вогнутой стороне в большей степени окружены атомами своего собственного кристалла, чем на выпуклой стороне и, следовательно, более прочно связаны с матрицей. Тепловое движение обуславливает непрерывное перемещение атомов через искривленную поверхность с одной стороны на другую, и так как они более устойчивы на вогнутой стороне, то должен быть результатирующий поток атомов в этом направлении. Таким образом, граница будет перемещаться к центру кривизны. Если принять, что радиус кривизны r границы пропорционален диаметру (размеру) зерна R ($r = kR$), то составляющая движущей силы, вызванная кривизной границы, будет равна:

$$F_{\text{кр}} = 2\gamma(1/R_1 + 1/R_2),$$

где γ – поверхностная энергия границы (натяжение границы), R_1 и R_2 – размеры граничащих зерен.

2. Высокоугловые границы зерен способны играть роль стоков дефектов, возникших в результате пластической деформации. Существенную роль при первичной рекристаллизации играет процесс делокализации дислокаций. Суть этого процесса заключается в том, что ядро решеточной дислокации, вышедшее из объема на границу зерна, при повышенных температурах ($T \approx 0,3 - 0,4 T_{\text{пл}}$) нестабильно и может «расплющиваться» в границе (делокализоваться) с высвобождением упругой энергии дислокации E_b . Экспериментально этот процесс наблюдается в электронном микроскопе как постепенное расширение и ослабление контраста от дислокации вплоть до его полного исчезновения. Таким образом, если по разные стороны от границы плотность решеточных дислокаций ρ_b неодинакова, возникает движущая сила миграции F_b , вызванная высвобождением упругой энергии дислокаций при их попадании в границу и последующей делокализации

$$F_b = \Delta \rho_b E_b,$$

где $\Delta \rho_b$ – разность плотности дислокаций по разные стороны границы.

Под действием движущей силы F_b граница должна мигрировать в сторону зерна с повышенной плотностью дислокаций (рис. 3.11¹).

3. В тонких листах может возникнуть движущая сила $F_{\text{пов}}$, связанная с тем, что энергии свободных поверхностей соседних зерен неодинаковы.

¹ Aust K.T., Koch E.F., Dunn C.B. Trans. AIME, 1959, v. 215, p. 90.

Для двухмерной структуры эта составляющая движущей силы может быть найдена из выражения

$$F_{\text{нов}} = 2\Delta\zeta/\tau \approx \gamma / (\zeta t),$$

где $\Delta\zeta$ – разность напряжений свободных поверхностей соседних зерен, t – толщина листа. В этом случае граница будет двигаться в сторону зерна с повышенным натяжением свободной поверхности.

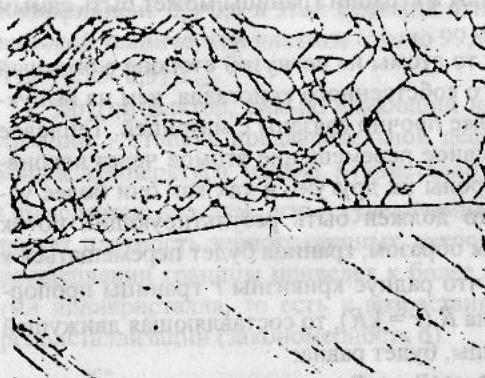


Рис. 3.11. Рост зерна с малой плотностью дислокаций за счет зерна с большой плотностью дислокаций в кремнистом железе. $\times 400$

При совместном действии нескольких составляющих движущая сила есть их алгебраическая сумма. Например, при действии $F_{\text{кр}}$ и $F_{\text{нов}}$ граница может мигрировать от центра кривизны, что свидетельствует о противоположном действии указанных составляющих и большой величине $F_{\text{нов}}$ в данном эксперименте¹.

Тормозящие силы, действующие на границу, обычно связывают с присутствием в материале растворенных примесей и дисперсных частиц второй фазы, а также канавками на свободной поверхности листа, возникающими по линиям пересечения границ с поверхностью.

3.6. Температура конца первичной рекристаллизации

Температуру полного исчезновения деформированной матрицы при данном времени отжига называют температурой конца первичной рекристаллизации T_p^* . При непрерывном наблюдении за первичной рекристаллизацией меди и алюминиевой бронзы в определенном интервале температур обнаруживается² «насыщение» первичной рекристаллизации (доля рекристаллизованных зерен при увеличении времени отжига почти перестает увеличиваться).

¹ Dunn C.G., Walter J.L. On secondary recrystallization in high-purity α -Fe. Trans. Met. Soc. AIME, 1961, v. 221, N 2, p. 413.

² Периман Е.В.// Ползучесть и возврат. М.: Металлургия, 1961. С. 127.

Формально первичная рекристаллизация не закончилась – нет полного исчезновения деформированных зерен, но сигмаидальные кривые на рис. 3.11 и 3.12 выходят на горизонталь, соответствующую присутствию в материале некоторого объема нерекристаллизованного материала. Следовательно, в определенном интервале температур первичная рекристаллизация достигает насыщения. Чем выше температура отжига, тем больше максимальная доля рекристаллизованного объема. Экстраполяция кривых (пунктирные линии на рис. 3.12) до значений $X_v = 0\%$ и $X_v = 100\%$ дает значения температур начала T_p^* и конца T_p^* рекристаллизации. Выше температуры конца рекристаллизации T_p^* при достаточно длительной выдержке процесс рекристаллизации доходит до конца.

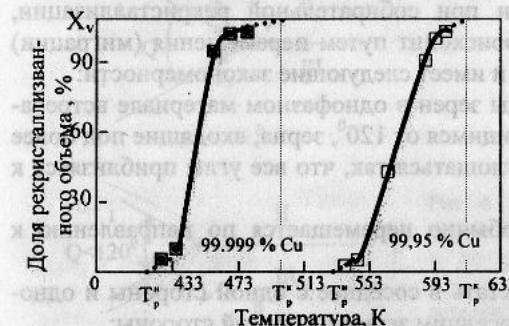


Рис. 3.12. Зависимость доли рекристаллизованного объема от температуры отжига меди, холоднотянутой с деформацией 48 %

На температуру конца рекристаллизации влияют все те же факторы, которые изменяют температуру начала рекристаллизации. Чем выше T_p^* , тем чаще всего (но не всегда) выше и T_p^* .

Стабильна. В реальных материалах различия между собой в различных факторах, влияющих на температуру конца первичной рекристаллизации, могут быть очень велики. Так, для меди обнаружено, что температура конца первичной рекристаллизации (в зависимости от температуры отжига) может меняться в пределах от 400 до 600 °C, в то время как температура конца первичной рекристаллизации для алюминия и алюминиево-магниевого сплава составляет 400–450 °C. Для меди температура конца первичной рекристаллизации зависит от концентрации примесей (в частности, от содержания кремния). На рисунке изображены кривые изменения концентрации примесей в первичной рекристаллизации в зависимости от температуры отжига и времени отжига.

4. Собирательная рекристаллизация

4.1. Закономерности собирательной рекристаллизации

После исчезновения деформированных зерен, зеренная структура материала остается нестабильной.

Анализ экспериментальных работ, посвященных изучению процессов, протекающих при собирательной рекристаллизации, демонстрирует сложность этих процессов, обусловленную взаимодействием друг с другом зерен разных размеров и ориентировок. На это взаимодействие практически всегда накладывается влияние растворенных примесей, частиц дисперсной фазы и других факторов, тормозящих миграцию границ.

Наблюдая за ростом зерен при собирательной рекристаллизации, можно обнаружить, что рост происходит путем перемещения (миграции) его границы (не коалесценцией) и имеет следующие закономерности:

- 1) в тех местах, где границы зерен в однофазном материале встречаются под углом, отличающимся от 120^0 , зерна, входящие под более острым углом, будут поглощаться так, что все углы приблизятся к 120^0 ;
- 2) искривленная граница обычно перемещается по направлению к своему центру кривизны;
- 3) данное зерно может врастать в соседнее с одной стороны и одновременно поглощаться соседним зерном с другой стороны;
- 4) поглощение зерна соседними зернами часто происходит быстрее, когда зерно уже почти исчезло;
- 5) скорость миграции никогда не бывает постоянной, может меняться и направление миграции.

Все эти закономерности в той или иной степени можно объяснить, разбравшись с движущими силами собирательной рекристаллизации.

4.2. Движущие силы и силы торможения

Движущие силы собирательной рекристаллизации имеют ту же природу, что и движущие силы роста зародыша нового зерна, рассмотренные в п.3.5, только действуют в условиях, когда зерна стали свободными от дислокаций ($F_b=0$). Границы зерен перемещаются в твердом теле в том случае, если при их перемещении уменьшается полная латентная энергия.

Латентная энергия уменьшается в двух случаях: 1) при уравновешивании сил поверхностного натяжения как плоских, так и искривленных границ и 2) при взаимодействии границы с атомами примесей.

4.2.1. Силы поверхностного натяжения

Плоские границы

Рассмотрим зеренное строение материала в виде двухмерной модели. В стыке трех зерен (рис. 4.1) силы поверхностного натяжения должны быть уравновешены. В металле или однофазном сплаве поверхностное натяжение на всех плоских большеугловых границах примерно одинаково. Следовательно, силы поверхностного натяжения F_y , приложенные вдоль границ зерен, будут уравновешены при условии, что $F_y = 2F_y \cos(Q/2)$ или $\cos(Q/2)=1/2$ и $Q=60^0$, и равновесной конфигурации будет отвечать встречающихся трех зерен с углами при вершине 120^0 (закономерность 1).



Рис. 4.1. Схема границ на стыке трех зерен в разные моменты отжига:

а - до отжига,
б - после установления равновесия сил поверхности натяжения в тройной точке путем искривления границ,
в - после выпрямления границ, нарушивших равновесие в тройной точке

В двухмерной модели зерна – правильные шестиугольники с прямymi сторонами, образующие гексагональную сетку границ, соответствуют равновесию сил поверхности натяжения. Такая сетка границ механически стабильна. В реальном материале растущие зерна приходят в соприкосновение между собой в разные моменты времени в разных точках своей поверхности и по окончании первичной рекристаллизации они имеют неправильную форму, разные размеры и разное число граней. В плоской модели такие зерна изображаются многоугольниками с разным числом сторон, например, 3, 4, 6, 10, 50 и т.д. (рис. 4.2).

Для соблюдения равновесия сил поверхности натяжения границы зерен, в которых число сторон меньше шести, должны быть вогнутыми, а при числе сторон более шести – выпуклыми. На рис. 4.1б сплошные линии изображают искривленные границы в равновесном тройном стыке после такой миграции, а пунктирные – исходное положение границ в неравновесном тройном стыке.

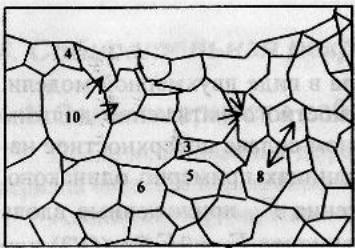


Рис. 4.2. Плоская модель строения поликристалла из зерен с разным числом границ (стрелки указывают направление миграции границ)

Искривленные границы

Искривленные границы нестабильны. F_{kp} направлена так, что граница, при отсутствии других движущих сил, будет перемещаться к центру кривизны (закономерность 2).

Спрямление границ нарушает достигнутое ранее равновесие в тройных стыках (на рис. 4.1в угол при вершине зерна I стал меньше 120°). Для достижения равновесия в тройном стыке границы вновь изгибаются миграцией и т.д. Таким образом, зерна II и III на рис. 4.1 постепенно растут за счет зерна I.

В двухмерной модели зерна с числом сторон более шести должны укрупняться, а с меньшим числом – «поедаться» соседями. В реальном кристалле зерно, с одной стороны, может иметь вогнутую поверхность и расти за счет соседа, а с другой – выпуклую и само поглощаться соседом (закономерность 3). В целом же средний размер зерен возрастает.

Движущая сила миграции границ F_{kp} , так же, как и при росте зерна в процессе первичной рекристаллизации, будет прямо пропорциональна поверхностному натяжению γ и обратно пропорциональна размеру зерна R . $F_{kp} \sim \gamma/R$.

При этом скорость миграции границы будет выше у более искривленной границы, то есть у границы с меньшим радиусом кривизны, а скорость роста зерна R будет обратно пропорциональна его размеру R и прямо пропорциональна поверхностному натяжению (закономерность 4):

$$R = K \gamma / kR,$$

где K – константа, экспоненциально зависящая от температуры отжига T ($K = Ae^{-Q/RT}$. Здесь R – универсальная газовая постоянная).

Интегрируя, получаем:

$$R^2 = R_0^2 + M \gamma t,$$

где R_0 – начальный размер рекристаллизованных зерен, t – время отжига.

Если начальный размер зерен намного меньше текущего $R^2 \ll R_0^2$, то

$$R = Bt^{1/2}$$

Экспериментальные данные показывают, что зависимость среднего размера зерен в однофазных сплавах от времени отжига подчиняется выражению

$$R = Bt^n,$$

где $n = 0,1-0,5$, а B – константа, зависящая от температуры.

Полученное выражение характеризует поведение зеренной структуры поликристалла в целом. Рост отдельных зерен обусловлен, как об этом уже сказано выше, кривизной окружающих его границ. В процессе рекристаллизации кривизна границ меняется, иногда на противоположную (например, с вогнутой на выпуклую), поэтому скорость миграции границ редко бывает постоянной (закономерность 5).

Отклонение показателя степени n от теоретической величины $\frac{1}{2}$ в сторону меньших значений, то есть менее интенсивного роста зерен, вызвано взаимодействием границ растворенными примесями и включениями.

4.2.2. Силы взаимодействия границы с атомами примесей.

Наличие в материале растворенных примесей может существенным образом изменить протекание процесса сориентальной рекристаллизации.

Если примесные атомы, помещенные в границу, обладают иной энергией, чем в кристаллической решетке, то возникают силы, заставляющие эти атомы мигрировать либо по направлению к границе (если энергия примесных атомов в границе меньше их энергии в решетке), либо от границы (если энергия примесных атомов в границе больше их энергии в решетке). Сила взаимодействия $F(x)$ может быть записана как:

$$F(x) = dU(x)/dx,$$

где x – расстояние между примесным атомом и границей, U – свободная энергия взаимодействия (энергия поля упругих напряжений).

Отсюда, если правильно найти U , можно вычислить силу, действующую на единицу площади границы:

$$F_{\text{прим}} = \int_{-\infty}^{+\infty} n(x) \cdot \frac{dU}{dx} \cdot dx,$$

где n – число примесных атомов в единице объема.

В зависимости от типа атомов примеси эта сила может быть одной из составляющих как движущей силы миграции границы F , так и тормозящей силой миграции границы F_t .

Примером знакопеременного влияния примесей на подвижность границ служит экспериментальное наблюдение движения границы в очищенном зонной плавкой свинце, содержащем растворимые добавки серебра и золота. Добавки $10^{-4}\%$ (ат.) Ag или Au уменьшили подвижность произ-

вольных большеугловых границ при 573 К почти в 15 раз, в то время как такие же добавки олова немного увеличили их подвижность¹.

Миграция границы вызывает повышение концентрации атомов при меси в границе. Достигнув некоторой критической концентрации (некоторого критического расстояния между атомами), они объединяются и образуют включение. Если размер включения r больше некоего критического размера r_{kp} , то образовавшееся включение стабильно.

Возникновение включений приводит к появлению сил торможения F_t и снижению скорости роста зерен (рис. 4.3²).

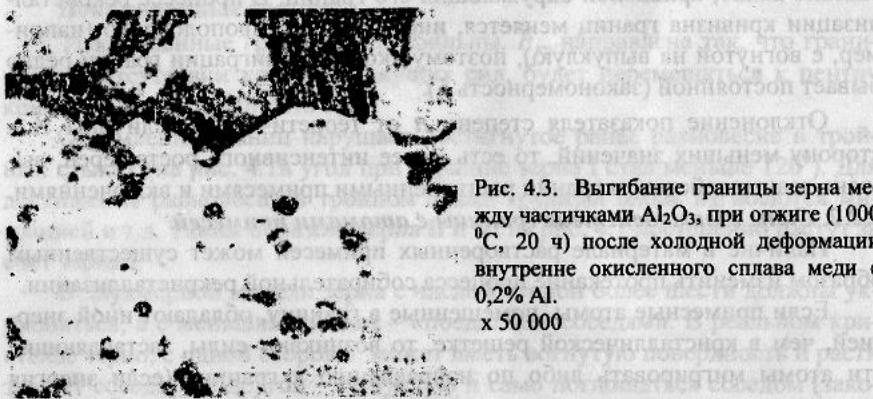


Рис. 4.3. Выгибание границы зерна между частицами Al_2O_3 , при отжиге (1000 °C, 20 ч) после холодной деформации внутренне окисленного сплава меди с 0,2% Al.
x 50 000

Силу, сдерживающую рост зерен за счет наличия включений, называют силой Зиннера. Она описывается выражением:

$$F_z = \rho_v \frac{\gamma}{d}.$$

Здесь ρ_v – объемная доля мелкодисперсных включений, d – размер включений.

Если движущая сила миграции границ F^* превышает тормозящую силу Зиннера F_z , мигрирующая граница способна оторваться от выделившихся частиц, оставляя их внутри растущего зерна в виде цепочки – следа прошедшей границы.

По мере развития субзернистости рекристаллизации движущая сила миграции границ F^* уменьшается (границы спрямляются, углы в стыках приближаются к 120°) и, когда она сравняется с силой торможения F_z , рост зерна почти прекратится. Его дальнейший рост будет контролироваться только медленно увеличивающимися размерами включений d . В этом слу-

¹ Rutter J.W., Aust K.T., Trans. AIME, 1959, 215, p. 119; 1960, 218, p. 50, 682.

² Данелия Е.П., Теплицкий М.Ю. Розенберг В.М.// УФМ, 1986, т. 15. С. 147.

чае говорят о **стабилизации зеренной структуры**. Конечный размер стабильной зеренной структуры будет определяться объемной долей включений ρ_v и их размером d (дисперсностью).

В общем случае кинетика роста зерен может быть описана выражением:

$$R = M_y (F^* - F_3),$$

и разделена на два этапа: первый этап – быстрый рост зерен ($F^* > F_3$); второй этап – медленный рост зерен ($F^* = F_3$).

Здесь M_y – подвижность границ зерен, вычисляется по формуле:

$$M_y = \frac{D_y b}{K T},$$

где δ – ширина границы, b – вектор Бюргерса, K – постоянная Больцмана, T – температура, D_y – коэффициент диффузии границы.

Интеграл от R дает характерный вид зависимости $R(t)$, показанной на рис. 4.4. Видно, что ход кривой $R(t)$ вначале имеет степенной характер $R \approx \sqrt{t}$, а затем кривая $R(t)$ выходит на насыщение, достигая величины R^* (экспериментальные сведения о размерах зерен, выросших при субзернистой рекристаллизации, приведены в приложении 1).

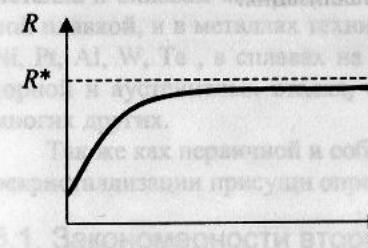


Рис. 4.4. Зависимость размера зерна R от времени отжига t в квазидиффузионном материале

4.2.3. Другие силы торможения границ

Дисперсные частицы и дислокации не единственные причины, приводящие к стабилизации зеренной структуры при рекристаллизационном отжиге. Прекращение роста зерен наблюдают также при отжиге тонких листов (это так называемый **эффект толщины**) и при отжиге текстурированных материалов (**текстурное торможение**).

Эффект толщины наблюдается, когда размер зерен становится равным толщине листа. В этом случае рост зерен замедляется, но они еще продолжают расти в плоскости листа. После того, как их размер становится в 2-3 раза больше толщины листа, рост совсем прекращается. Одной из причин этого эффекта является образование канавок термического травле-

ния в местах выхода границ на поверхность листа. Канавки образуются при отжиге из-за ускоренного испарения атомов с межзеренных границ и закрепляют границы, как бы «привязывая» их к соответствующим участкам поверхности.

«Текстурное торможение» обусловлено тем, что границы зерен с небольшой угловой разориентированностью (а именно она характерна для совершенной текстуры) имеют пониженную удельную поверхностную энергию

γ. А поскольку скорость роста зерна R обратно пропорциональна его диаметру R и прямо пропорциональна поверхностной энергии γ , то она должна быть меньше.

В заключение рассмотрения процессов, протекающих при собирательной рекристаллизации, следует отметить, что росту одних зерен за счет аналогичных зерен той же фазы необязательно должна предшествовать первичная рекристаллизация.

Часто считают, что в литых (недеформированных) металлах укрупнение зерен вследствие роста одних кристаллов за счет соседних не происходит. Это утверждение справедливо только по отношению к материалам невысокой чистоты, в которых примеси, концентрирующиеся по границам зерен в процессе кристаллизации, мешают миграции границ зерен при отжиге. В чистых литых металлах и однофазных сплавах, при отжиге без предварительной деформации зерна могут быстро расти, то есть фактически может протекать собирательная рекристаллизация.

5. Вторичная рекристаллизация

В определенных условиях после отжига обнаруживается структура, состоящая из множества сравнительно мелких зерен примерно одинакового размера и гораздо меньшего числа очень крупных, иногда гигантских зерен, достигающих нескольких сантиметров (рис. 5.1).

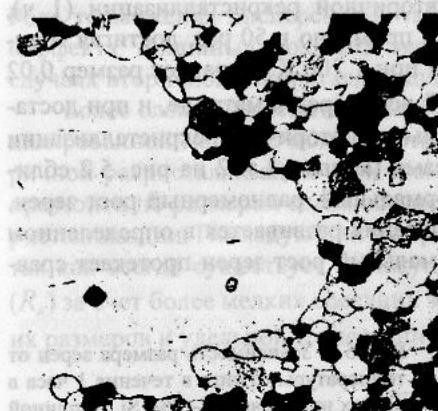


Рис. 5.1. Граница между мелкими зернами и крупным зерном, образовавшимся в цинке в результате вторичной рекристаллизации во время отжига 470 К. х 60

Вторичная рекристаллизация или аномальный рост зерна – это не редкий, особый случай роста зерна, как когда-то считали, а присущее многим металлам и сплавам явление. Она обнаружена в металлах, очищенных зонной плавкой, и в металлах технической чистоты, например, Fe, Cu, Ag, Zn, Ni, Pt, Al, W, Ta, в сплавах на разных основах, например, в трансформаторной и аустенитных стальях, сплавах алюминия с марганцем, медью и многих других.

Так же как первичной и собирательной рекристаллизации, вторичной рекристаллизации присущи определенные закономерности.

5.1. Закономерности вторичной рекристаллизации

- 1) Большинство зерен укрупняются очень медленно или практически совсем не растут, а отдельные зерна вырастают до больших размеров, «поедая» свое мелкозернистое окружение;
- 2) быстрый рост зерен начинается с определенной температуры;
- 3) максимальный размер зерен получается при некоторой определенной температуре, $T_{\text{вт.р.}}$, характерной для каждого материала;
- 4) с ростом температуры выше $T_{\text{вт.р.}}$ размер зерен уменьшается;
- 5) зерна, выросшие при вторичной рекристаллизации, часто имеют предпочтительную кристаллографическую ориентировку, причем текстура вторичной рекристаллизации всегда отлична от текстуры первичной рекристаллизации и является более совершенной (более

острой) из-за большого числа центров вторичной рекристаллизации.

Рис. 5.2 иллюстрирует вторую, третью и четвертую закономерности. Для кремнистого железа температура вторичной рекристаллизации $T_{\text{вт.р}}$ равняется 1 200 К, ниже этой температуры возможно протекание только собирательной рекристаллизации. При температуре 1 200 К за время, превышающее инкубационный период вторичной рекристаллизации (1 ч), размер отдельных зерен увеличивается примерно в 50 раз, достигая величины 10 мм. Основная же масса зерен при 1 200 К сохраняет размер 0,02 мм. Выше $T_{\text{вт.р}}$ ускоряется нормальный рост зерен в матрице, и при достаточно высоких температурах собирательная и вторичная рекристаллизации становятся конкурирующими процессами (кривые 1 и 2 на рис. 5.2 сближаются). При 1 470 К идет только нормальный, равномерный рост зерен. Таким образом, вторичная рекристаллизация развивается в определенном интервале температур, в котором нормальный рост зерен протекает сравнительно медленно.

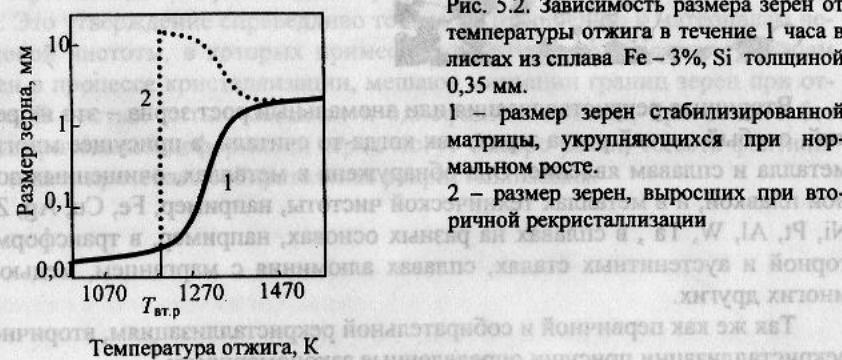


Рис. 5.2. Зависимость размера зерен от температуры отжига в течение 1 часа в листах из сплава Fe – 3%, Si толщиной 0,35 мм.
1 – размер зерен стабилизированной матрицы, укрупняющихся при нормальном росте.
2 – размер зерен, выросших при вторичной рекристаллизации

5.2. Природа вторичной рекристаллизации

Эксперименты показывают, что в разных металлах и сплавах, в различных условиях обработки неравномерный рост зерен может вызываться различными причинами. Но во всех случаях обязательным условием развития вторичной рекристаллизации является так называемая стабилизация зеренной структуры матрицы, то есть сильное торможение роста большинства зерен, образовавшихся при первичной рекристаллизации. Если матрица в целом стабилизована, то рост отдельных зерен по каким-то причинам менее заторможенный и составляет сущность вторичной рекристаллизации. Следовательно, при анализе причин вторичной рекристаллизации в каждом конкретном случае необходимо установить, во-первых, почему стабилизирована матрица, и, во-вторых, почему отдельные зерна могут беспрепятственно расти, «поедая» стабилизированную матрицу.

Причинами стабилизации рекристаллизованной матрицы могут быть:
а) дисперсные частицы или сегregation примесей на границах;
б) эффект толщины;
в) «текстурное торможение».

Все они уже были рассмотрены в параграфе 4.2 при обсуждении причин торможения роста зерна во время собирательной рекристаллизации. Роль торможения дисперсными частицами, «текстурного торможения» и «эффекта толщины» доказана экспериментально в разных конкретных случаях вторичной рекристаллизации.

Более сложно выяснить, какие из рекристаллизованных зерен в стабилизированной матрице могут быстро расти, то есть служат центрами вторичной рекристаллизации. При этом важно понять, почему они способны превзойти по размерам своих соседей на начальной стадии вторичной рекристаллизации. Последующий их преимущественный рост вполне понятен, так как всегда существует «движущая сила» роста более крупного зерна (R_k) за счет более мелких соседних зерен (R_m), пропорциональная разности их размеров и удельной зернограничной энергии γ .

$$F_{\text{вт.р}} \approx \gamma \frac{R_s - R_v}{R_k R_v}$$

Движущая сила $F_{\text{вт.р}}$ – это уменьшение энергии Гиббса системы, отнесенное к единице объема. При росте крупного зерна за счет мелких движущей силой является уменьшение суммарной энергии границ зерен. Поскольку во время вторичной рекристаллизации размер зерен матрицы (R_m) остается практически неизменным, то по мере укрупнения избранных зерен, то есть с увеличением R_k , непрерывно возрастает движущая сила их роста.

Рассмотрим теперь вопрос, какие же зерна становятся центрами вторичной рекристаллизации?

После окончания первичной рекристаллизации всегда имеются зерна, размер которых больше среднего, и чем крупнее такие зерна, тем меньше их количество. Если матрица стабилизирована дисперсными частицами второй фазы, то из-за неравномерности распределения этих частиц границы отдельных более крупных зерен могут быть заблокированы слабее, чем границы других зерен, и такие зерна способны к избирательному росту. Тормозящее действие частиц зависит от их дисперсности d (размера), объемной доли ρ_d и характера распределения, способности к коагуляции и растворению. Если тормозящее влияние слабое, то матрица недостаточно стабилизирована и происходит нормальный равномерный рост зерен. Если тормозящее действие частиц чрезмерно сильное, например, объемная доля их очень большая, то матрица так «перестабилизирована», что не находятся зерен, способных к росту, и вторичная рекристаллизация не идет.

В трансформаторной стали (Fe – 3% Si, рис. 5.2) матрица стабилизирована частицами нитрида алюминия или сульфида марганца с объемной долей 0,01 – 0,15 и размером 20 – 100 нм. При 1150 – 1300 К эти частицы начинают растворяться или коагулировать, их тормозящее действие ослабевает и тогда наиболее крупные рекристаллизованные зерна матрицы начинают ускоренно расти за счет более мелких соседей. Поскольку при вторичной рекристаллизации трансформаторной стали формируется весьма совершенная текстура {110}<100>, то следует еще объяснить, почему именно зерна с такой ориентировкой способны к преимущественному росту.

Если причиной стабилизации матрицы служит совершенная текстура, возникшая при первичной рекристаллизации, то большинство зерен разделено границами с небольшим углом разориентировки и соответственно с низкой зернограничной энергией, вследствие чего эти границы малоподвижны. В условиях «текстурного торможения» к избирательному росту способны те немногие зерна, ориентировка которых сильно отличается от главной ориентировки стабилизированной матрицы и которые одновременно имеют больший размер, обеспечивающий движущую силу их роста за счет соседей.

В связи со сказанным можно понять, почему центром вторичной рекристаллизации становится лишь одно зерно из $\sim 10^5$ – 10^6 зерен матрицы.

5.3. Разнозеренные структуры

После рекристаллизационного отжига в разных участках изделия зерно может быть примерно одинаковым по размеру (например, только более мелким или только крупным), но может наблюдаться и нежелательный разброс в размерах зерен.

Основные формы разнозернистости:

- 1) равномерная – закономерное чередование по всему объему крупных и мелких зерен;
- 2) зональная – расположение крупных зерен в определенных зонах изделия;
- 3) строчечная – вытянутость крупных зерен обычно вдоль направления главной деформации;
- 4) островковая – группы очень крупных или очень мелких зерен, не закономерно распределенные по объему изделия.

Причины и условия появления разнозернистости весьма многообразны. Равномерная разнозернистость может возникнуть на стадии незавершенной вторичной рекристаллизации. Простейший случай зональной разнозернистости – различная степень деформации в различных зонах изделия (например, в изделии с пробитым отверстием деформация у кромки отверстия намного больше деформации вдали от нее). Строчечное расположение дисперсных частиц в деформированном изделии может вызвать

строчечную разнозернистость при рекристаллизационном отжиге. Зональная ликвация в слитке приводит к макронеоднородности по химическому составу в деформируемом изделии, и в участках разного состава с разной скоростью идут первичная, собирательная, и вторичная рекристаллизации, вызывая зональную или островковую разнозернистость.

В большинстве случаев желательно получить при отжиге не только равномерную, но и мелкозернистую структуру. Если материал не имеет полиморфных превращений, то крупнозернистость, полученную при рекристаллизационном отжиге, никакой последующей термообработкой не устранить, так как она соответствует состоянию с пониженной энергией Гиббса.

Приложение 1

Размер рекристаллизованного зерна

Размер рекристаллизованного зерна - одна из важнейших характеристик отожженного металла. Время отжига, как правило, превышает продолжительность первичной рекристаллизации. Поэтому на размер зерна отожженного металла влияют все те факторы, которые сказываются на первичной и на собирательной рекристаллизации.

Размер зерна к моменту окончания первичной рекристаллизации зависит от соотношения скорости возникновения рекристаллизованных зерен и линейной скорости их роста. Чем больше скорость возникновения и меньше линейная скорость роста, тем мельче получается зерно к моменту окончания первичной рекристаллизации, и наоборот. После окончания первичной рекристаллизации, зерна укрупняются вследствие собирательной рекристаллизации. Поэтому на конечный размер зерна влияет также их линейная скорость роста при собирательной рекристаллизации. К основным факторам, влияющим на конечный размер рекристаллизованного зерна, относится температура, время отжига, степень деформации, химический и фазовый составы сплава.

П1.1. Влияние температуры и времени отжига

С повышением температуры и отжига скорость появления рекристаллизованных зерен и линейная скорость их роста увеличиваются. Если оба параметра изменяются в зависимости от температуры в одинаковой степени, то размер зерна при первичной рекристаллизации не должен зависеть от температуры отжига. Если же скорость появления увеличивается с повышением температуры интенсивнее, чем линейная скорость роста, то размер зерна к моменту окончания первичной рекристаллизации должен быть тем меньше, чем выше температура отжига. Оба случая неоднократно наблюдались при отжиге алюминия, алюминиевых сплавов, латуни и других сплавов.

На первый взгляд может показаться, что эти факты не согласуются с обычными представлениями об укрупнении зерна при повышении температуры отжига. Кажущееся противоречие объясняется тем, что выше речь шла о размере зерна к моменту окончания первичной рекристаллизации, а обычно продолжительность отжига превышает длительность первичной рекристаллизации. В последнем случае укрупнение зерна при повышении температуры отжига объясняется интенсификацией собирательной рекристаллизации. На рис. П1.1¹ представлен наиболее типичный характер

зависимости размера зерна от температуры отжига при постоянном времени выдержки.

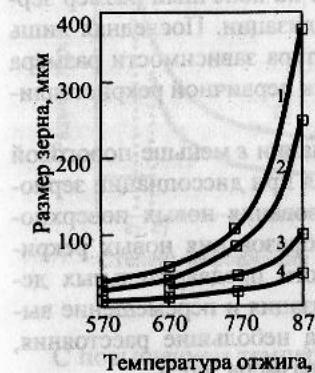


Рис. П1.1. Зависимость размера рекристаллизованного зерна алюминия и его сплавов от температуры отжига в течение 1 часа.

- 1 – Al чистотой 99,7 %;
- 2 – Al - 1,2 % Zn;
- 3 – Al - 0,6 % Mn;
- 4 – Al - 0,55 % Fe

С увеличением продолжительности отжига размер зерна возрастает с затуханием, приближаясь к предельному для данной температуры значению (рис. П1.2). Главные причины уменьшения скорости изотермического роста зерен – сокращение протяженности их границ и соответственно движущей силы роста, спрямление границ, приближение углов в тройных стыках к равновесным, накопление примесей на границах.



Рис. П1.2. Влияние времени выдержки на размер зерна никеля при двух температурах отжига

Если при отжиге получен предельный для данной температуры размер зерна, то его можно увеличить, проводя новый отжиг при более высокой температуре. С повышением температуры облегчается переход атомов от одного зерна к другому. Кроме того, при повышении температуры отжига могут размываться сегрегации примесных атомов на границах зерен и частично растворяться избыточные фазы, тормозящие миграцию границ во время собирательной рекристаллизации.

П1.2. Влияние степени предварительной деформации

Исключительно сильно на размер зерна в момент окончания первичной рекристаллизации влияет степень деформации (рис. П1.3 и П1.4). Так

¹ Рис. П1.1 – П1.6 даны по кн.: Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. М.: Металлургия, 1986.

как продолжительность отжига обычно превышает длительность первичной рекристаллизации, то графики, подобные представленному на рис. П1.4, отображают влияние степени деформации на конечный размер зерна, полученный после собирательной рекристаллизации. Последняя лишь укрупняет зерно и качественно не меняет характера зависимости размера зерен от степени деформации в момент окончания первичной рекристаллизации.

При отжиге металла, подвергнутого деформации ε меньше пороговой $\varepsilon_{\text{пор}}$ ($\varepsilon < \varepsilon_{\text{пор}}$), упругой энергии, высвобождающейся при диссоциации зернограничных дислокаций, недостаточно для образования новых поверхностей раздела (границ зерен) (п. 3.4), поэтому образования новых рекристаллизованных зерен не наблюдается. В области предварительных деформаций ($\varepsilon < \varepsilon_{\text{пор}}$), происходит только полигонизация и перемещение высокоглавых границ деформированных зерен на небольшие расстояния, составляющие всего лишь сотые – десятые доли размера зерен.

При сравнительно небольшой деформации (1 – 15 %) при отжиге вырастает очень крупное зерно, иногда достигающее нескольких сантиметров.

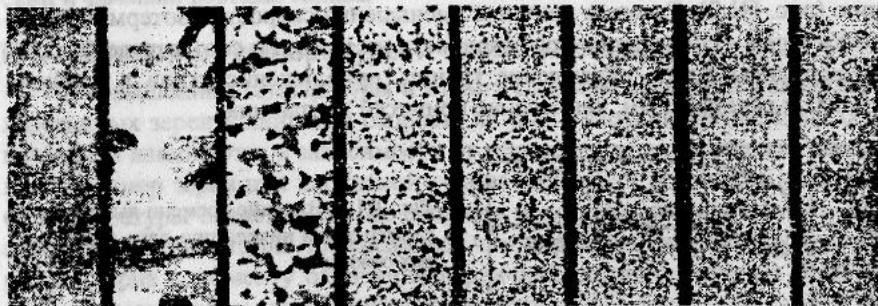


Рис. П1.3. Макроструктура пластинок чистого алюминия, отожженных при 770 К после растяжения с разной степенью деформации

С увеличением степени деформации $\varepsilon = \varepsilon_{\text{пор}}$ возникают энергетические предпосылки для зарождения отдельных (единичных) новых зерен, которые, не встречая конкурентов, разрастаются до весьма значительных размеров. При степенях предварительной деформации $\varepsilon > \varepsilon_{\text{пор}}$ плотность зернограничных дислокаций становится высокой, возникает большое количество новых рекристаллизованных зерен, которые быстро охватывают весь объем материала. В результате размер рекристаллизованных зерен оказывается значительно меньше размера зерен материала, подвергнутого предварительной деформации $\varepsilon = \varepsilon_{\text{пор}}$.

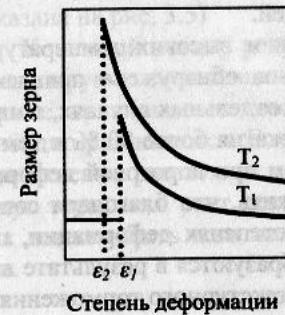


Рис. П1.4. Влияние степени деформации на размер зерна, полученного при последующем отжиге при двух температурах:

ε_1 и ε_2 – минимальные деформации, после которых при отжиге начинается процесс рекристаллизации (пороговые деформации). $T_2 > T_1$.

С повышением температуры отжига величина пороговой деформации уменьшается (рис. П1.4). Это понятно, так как чем выше температура отжига, тем меньше величина удельной поверхностной энергии y , следовательно, тем меньше энергетические затраты на образование новых границ.

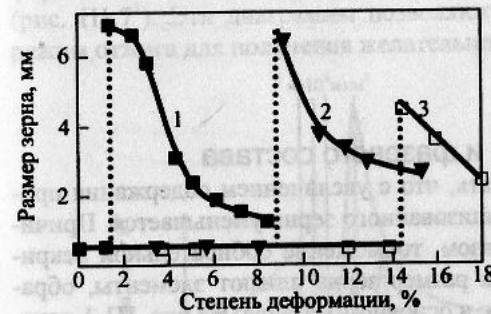


Рис. П1.5. Влияние степени деформации на размер рекристаллизованного зерна алюминия с добавками марганца. Отжиг при 500 °C, 30 мин.

- 1 – Al чистотой 99,7 %;
- 2 – Al – 0,3% Mn;
- 3 – Al – 0,6 % Mn

С повышением чистоты металла величина пороговой деформации $\varepsilon_{\text{пор}}$ уменьшается. Легирующие элементы по-разному влияют на $\varepsilon_{\text{пор}}$. Одни элементы, например, марганец в алюминии (рис. П1.5), уже в небольших количествах резко увеличивают величину $\varepsilon_{\text{пор}}$, а другие элементы, например, медь или цинк в алюминии, даже в больших количествах оказывают на нее слабое влияние.

Сильное влияние небольших количеств марганца обусловлено тем, что он, в отличие от цинка и меди, очень мало растворим в твердом алюминии и образует дисперсные частицы Al_6Mn , тормозящие миграцию границ исходных деформированных зерен.

На графиках размер рекристаллизованного зерна – степень деформации можно наблюдать практически скачкообразное (рис. П1.4 и П1.5) и плавное укрупнение зерна (рис. П1.6). В последнем случае восходящая

ветвь (левее $\epsilon_{\text{пор}}$) соответствует ускорению роста отдельных рекристаллизованных зерен за счет деформированных соседей.

При очень больших степенях деформации и высоких температурах отжига у алюминия, меди и некоторых сплавов обнаружено появление второго максимума размера зерна (рис. П1.6). В отдельных случаях, например, у электролитической меди при степени обжатия более 80 % и температуре отжига более 1250 К, зерно крупнее, чем при пороговой деформации у первого максимума. Можно предположить, что благодаря совершенной текстуре, возникающей при больших степенях деформации, при высокотемпературном отжиге крупные зерна образуются в результате вторичной рекристаллизации, идущей в условиях «текстурного торможения».

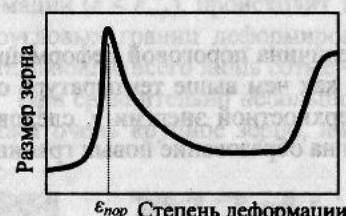


Рис. П1.6. Влияние степени деформации на размер зерна, полученного при последующем отжиге

П1.3. Влияние химического и фазового состава

В общем случае можно считать, что с увеличением содержания примесей в металле размер рекристаллизованного зерна уменьшается. Причиной этого является, главным образом, торможение собирательной рекристаллизации. Особенно сильно на размер зерна влияют элементы, образующие фазы, трудно растворимые в основном металле. На рис. П1.1 показано, что цинк, находящийся в растворе в сравнительно небольшом количестве, слабо уменьшает размер зерна алюминия. В то же время марганец и в особенности железо, образующее трудно растворимое соединение Al_6Mn и почти нерастворимое соединение FeAl_3 , резко тормозят рост зерна при собирательной рекристаллизации.

Более подробный анализ показывает, что роль избыточных фаз в формировании рекристаллизованной структуры сильно зависит от размера их частиц и расстояния между частицами. Вторая фаза может и облегчать, и затруднять первичную рекристаллизацию по сравнению с однофазным сплавом.

Если частицы второй фазы крупные, то деформация матрицы может вызвать сильное локальное искривление кристаллической решетки вблизи частиц и возникновение зародыша рекристаллизации. (Схема образования

зародыша рекристаллизации в полосе изгиба кристаллической решетки показана на рис. 3.5)

Конечный размер рекристаллизованных зерен зависит от расстояния между крупными частицами. Если расстояние большое, то рекристаллизованные зерна (вне зависимости от способа из возникновения) сравнительно свободно развиваются. Если же объемная доля второй фазы высокая и соответственно расстояние между ее частицами маленькое, то эти частицы будут тормозить рост рекристаллизованных зерен, средний размер которых должен быть того же порядка, что и среднее межчастичное расстояние.

П1.4. Диаграммы рекристаллизации

Зависимость размера зерна от всех рассмотренных выше факторов невозможно изобразить графически в виде одной диаграммы. Довольно большое распространение получили пространственные диаграммы рекристаллизации, показывающие зависимость размера зерна от степени деформации и температуры отжига при определенном времени выдержки (рис. П1.7¹). Эти диаграммы позволяют в первом приближении выбрать режим отжига для получения желательной структуры.

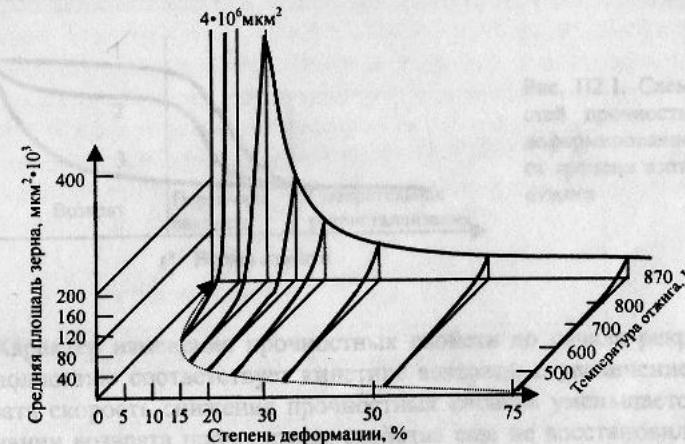


Рис. П1.7. Диаграмма рекристаллизации электролитического железа.

Исходная обработка: ковка и отжиг при 1200 К.

Окончательная обработка: холодное осаждение и отжиг 1 ч

¹ Burgers W.G. Rekrystallisation, Verformter Zustand und Erholung, Akad. Verlagsges., Leipzig, 1941. S. 356.

Вертикальные разрезы пространственной диаграммы рекристаллизации при постоянной степени деформации и постоянной температуре отжига являются графиками типа тех, что изображены на рис. П1.1 и П1.4 соответственно. На нижней горизонтальной плоскости диаграммы рекристаллизации часто приводят кривую зависимости температуры начала рекристаллизации от степени деформации (пунктир на рис. П1.7).

При отжиге деформированного металла, в частности металла, свойства меняются обратно тому, как они изменялись при холодной деформации, а именно, показатели сопротивления деформированию (предел прочности σ_b , предел текучести $\sigma_{0,2}$, твердость) уменьшаются, а показатели пластичности (относительное удлинение δ и сужение поперечного сечения образца после разрыва) возрастают.

Изменение прочностных свойств при отжиге определяется температурой отжига, временем отжига и температурой деформации. Влияние температуры отжига на прочность металла определяется температурой рекристаллизации. Особенность гравитационной рекристаллизации заключается в том, что в результате ее происходит не только восстановление прочностных свойств, но и изменение структуры металла, что в свою очередь влияет на его механические характеристики.

П1.5. Влияние химического и фазового состояния

В общем случае можно считать, что с увеличением содержания примесей и небольшими размерами кристаллов снижение прочности металла может происходить, главным образом, за счет снижения температуры рекристаллизации. Особенность гравитационной рекристаллизации заключается в том, что в результате ее происходит не только восстановление прочностных свойств, но и изменение структуры металла, что в свою очередь влияет на его механические характеристики.

Большое значение для изменения прочностных свойств имеет температура отжига. При отжиге металла в результате снижения температуры отжига происходит снижение прочностных свойств, а также и снижение температуры рекристаллизации. Особенность гравитационной рекристаллизации заключается в том, что в результате ее происходит не только восстановление прочностных свойств, но и изменение структуры металла, что в свою очередь влияет на его механические характеристики.

Снижение второй фазы кручения деформации металла может привести к снижению прочностных свойств, а также и снижению температуры отжига. Особенность гравитационной рекристаллизации заключается в том, что в результате ее происходит не только восстановление прочностных свойств, но и изменение структуры металла, что в свою очередь влияет на его механические характеристики.

Снижение второй фазы кручения деформации металла может привести к снижению прочностных свойств, а также и снижению температуры отжига. Особенность гравитационной рекристаллизации заключается в том, что в результате ее происходит не только восстановление прочностных свойств, но и изменение структуры металла, что в свою очередь влияет на его механические характеристики.

Приложение 2

Изменение свойств материала при отжиге

При отжиге деформированного материала, в частности металла, свойства меняются обратно тому, как они изменились при холодной деформации, а именно, показатели сопротивления деформированию (предел прочности σ_b , предел текучести $\sigma_{0,2}$, твердость) уменьшаются, а показатели пластичности (относительное удлинение δ и сужение поперечного сечения образца после разрыва) возрастают.

П2.1. Разупрочнение при отжиге

В зависимости от температуры и продолжительности отжига в материале с той или иной полнотой проходят разные структурные изменения и, соответственно, по-разному протекает разупрочнение.

На рис. П2.1. схематично показаны три типовых случая изменения прочностных свойств с увеличением продолжительности отжига при постоянной температуре. В инкубационный период до начала первичной рекристаллизации, когда происходит только возврат, σ_b может практически совсем не уменьшаться (кривая 1), частично уменьшаться (кривая 2) и полностью сниматься (кривая 3).



Рис. П2.1. Схема зависимостей прочностных свойств деформированного металла от времени изотермического отжига

Характер изменения прочностных свойств до начала рекристаллизации полностью соответствует кинетике возврата: с увеличением времени возврата скорость снижения прочностных свойств уменьшается. Если по окончании возврата прочностные свойства еще не восстановились, то последующая первичная рекристаллизация полностью восстанавливает прочностные характеристики. При этом с увеличением времени отжига скорость снижения прочностных свойств сначала возрастает, затем некоторое время остается неизменной и затем снижается в полном соответствии с сигмаидальной кривой нарастания рекристаллизованного объема (рис. 3.1).

На рис. П2.2. видно, как твердость деформированного алюминия при изотермическом отжиге вначале снижается с затуханием (идет возврат), после чего сначала с ускорением, а затем с замедлением происходит интенсивное разупрочнение при рекристаллизации.

Сохранение деформированного состояния при возврате свойственно меди, никелю и серебру. Заметное, а иногда и весьма значительное частичное снятие наклепа до начала первичной рекристаллизации происходит при отжиге алюминия, железа и титана. Полностью последствия деформации (дислокации в теле зерен) устраняются в период возврата у монокристаллов тугоплавких металлов с ОЦК решеткой (вольфрама, молибдена), а также у поликристаллических сплавов алюминия с магнием. В практическом отношении важно, что алюминиевомагниевые сплавы способны значительно разупрочняться даже при комнатной температуре, о чем свидетельствуют следующие данные для холоднокатаного магния, содержащего 6 % Mg¹:

Таблица П2.1

Разупрочнение сплава Al – 6%Mg при комнатной температуре

| Время выдержки | 0 | 10 дней | 4 мес. | 2 года | 12,5 лет |
|------------------|-----|---------|--------|--------|----------|
| σ_y , МПа | 500 | 480 | 455 | 440 | 435 |

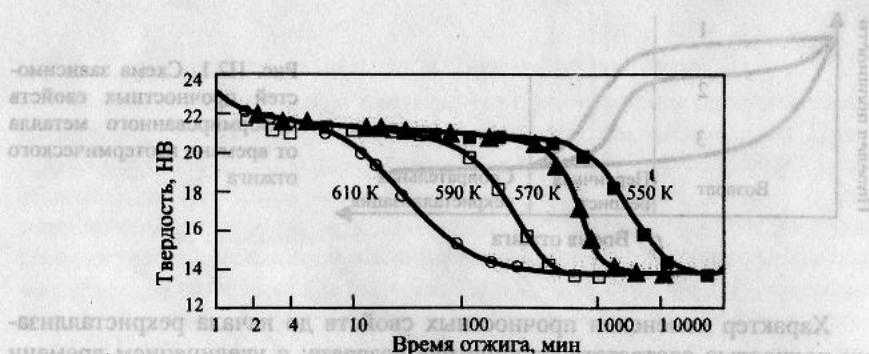


Рис. П2.2. Уменьшение твердости деформированного чистого алюминия с увеличением времени отжига при разных температурах. Исходное состояние – холодная деформация растяжением

Типовые случаи зависимости прочностных свойств от температуры отжига при постоянном времени отжига показаны на рис. П2.3. До температуры начала рекристаллизации деформированное состояние материала может полностью сохраняться (кривая 1), частично сниматься (кривая 2)

¹ Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. М.: Металлургия, 1986. С.93.

или полностью устраиваться (кривая 3). В первом случае интенсивное разупрочнение начинается при температуре начала первичной рекристаллизации T_p^* , а во втором и в третьем по началу разупрочнения нельзя определить температуру начала рекристаллизации.



Рис. П2.3. Схематическая зависимость прочностных свойств металла от температуры отжига

Если в интервале первичной рекристаллизации прочностные свойства сильно падают, то в интервале собирательной рекристаллизации они снижаются слабо.

Прочностные свойства зависят от дислокационной структуры и размера зерен. Если во время отжига главные структурные изменения состоят в уменьшении концентрации точечных дефектов, а плотность дислокаций почти не снижается, то упрочнение от деформации почти не снижается. Если при отжиге развивается полигонизация, связанная с формированием и укрупнением субзерен, то прочностные свойства могут существенно снизиться. Предел текучести $\sigma_{0,2}$ связан с диаметром субзерен R соотношением Холла – Петча:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_{0,2}^0 + kR^{1/2}.$$

В соответствии с этим соотношением рост субзерен при полигонизации приводит к снижению предела текучести.

Первичная рекристаллизация, резко снижая плотность дислокаций и «выметая» стенки субзерен, вызывает сильное разупрочнение, пропорциональное доле рекристаллизованного объема. При температурах отжига между T_p^* и T_p^* (см. рис. П2.3) или с увеличением времени отжига при постоянной температуре (правее t_p^* на рис. П2.1) прочностные свойства резко снижаются из-за первичной рекристаллизации. Кроме того, определенный вклад в разупрочнение вносит и продолжающийся возврат в тех деформированных зернах, которые еще не поглощены рекристаллизованными. На это указывает снижение микротвердости не рекристаллизованных зерен.

После того, как деформированные зерна полностью заменились значительно более совершенными рекристаллизованными, собираемая рекристаллизация может лишь немногого понизить прочностные свойства из-за укрупнения зерна.

Вторичная рекристаллизация, дающая очень крупное зерно, а также разнозернистость, снижает показатели пластичности.

П2.2. Упрочнение при отжиге

Давно было замечено, что при низкотемпературном отжиге некоторых металлов и сплавов до начала рекристаллизации значительно повышаются твердость, предел прочности и особенно пределы текучести и упругости (см. пунктир на рис. П1.7). У каждого из таких материалов имеется своя оптимальная температура отжига $T_{\text{опт}}$, при которой упрочнение максимально (см. таблицу П2.2¹).

Таблица П2.2

Максимальный прирост предела упругости ($\frac{\Delta\sigma_{0.05}}{\sigma_{0.05}}$) после получасового отжига при оптимальной температуре ($T_{\text{опт}}$)

| Материал | ϵ , % | $\frac{\Delta\sigma_{0.05}}{\sigma_{0.05}} \cdot 100 \%$ | $T_{\text{опт}}$, К | T_p , К |
|------------------------------|----------------|--|----------------------|-----------|
| Cu (99,98 %) | 75 | 10 | 423 | 473 |
| Cu - 7 % Al | 7 | 35 | 553 | 723 |
| | 90 | 170 | 553 | 623 |
| Cu - 32 % Zn | 60 | 100 | 473 | 523 |
| Ni (99,99 %) | 60 | 40 | 473 | 623 |
| Ni - 20 % Cr | 10 | 40 | 673 | 1073 |
| | 65 | 170 | 673 | 873 |
| Nb (<0,01% C, N, O) | 90 | 40 | 1223 | 383 |
| Nb (<0,02%C, 0,03%O, 0,02%N) | 80 | 120 | 1273 | 1473 |

Примечание. ϵ - степень обжатия при холодной прокатке перед отжигом.

Упрочнение при низкотемпературном отжиге свойственно большинству медных и никелевых сплавов. Величина упрочнения зависит от состава твердого раствора. У многих сплавов эффект упрочнения при отжиге возрастает с увеличением степени легирования (рис. П2.4²). Упрочнение обычно увеличивается с ростом степени холодной деформации (см. таблицу П2.2), но встречается и обратная закономерность. Иногда упрочнению

предшествует небольшое, нормальное разупрочнение при возврате (см. рис. П2.4).

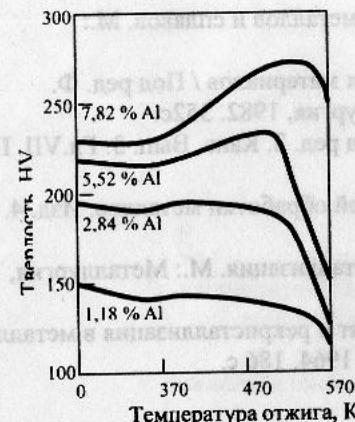


Рис. П2.4. Влияние температуры отжига на твердость холоднокатанных алюминиевых бронз

Природа упрочнения при отжиге в различных сплавах различна. Наиболее общей причиной является закрепление подвижных дислокаций в исходном холоднодеформированном материале в дислокационных стенках, возникших при полигонизации во время отжига, атомами растворенных примесей или легирующих элементов (например, алюминия в меди). С этим согласуется то, что у металлов высокой чистоты величина рассматриваемого упрочнения меньше.

При упрочняющем отжиге предел упругости возрастает значительно сильнее, чем твердость или предел прочности. Это и понятно, так как на величину предела упругости, характеризующего сопротивление материала очень малым пластическим деформациям, сильно влияет исходная (до начала механических испытаний) дислокационная структура, мало меняющаяся в процессе испытаний. В то же время при определенных твердости и пределе прочности, характеризующих сопротивление материала большим пластическим деформациям, сходная дислокационная структура сильно изменяется в процессе механического испытания: растет плотность дислокаций, они перераспределяются, и создается новая дислокационная структура. Поэтому закрепление дислокаций в исходной структуре при упрочняющем отжиге несравненно сильнее влияет на предел упругости, чем на предел прочности. Даже рост предела текучести $\sigma_{0.2}$ может быть на порядок меньше роста предела упругости $\sigma_{0.05}$ того же сплава.

Повышение предела упругости при упрочняющем отжиге - это весьма общее явление, свойственное металлам и сплавам с любым типом решетки, металлам обычной и высокой чистоты.

¹ Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. 565 с.

² Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. М.: Металлургия, 1986. С.99.

Рекомендательный библиографический список

1. Бочвар А.А. Основы термической обработки сплавов. М.: Металлургиздат, 1940. 298 с.
 2. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. 565 с.
 3. Рекристаллизация металлических материалов / Под ред. Ф. Хаснера: Пер с англ. М.: Металлургия, 1982. 352с.
 4. Физическое металловедение /Под ред. З. Кана. Вып. 3. Гл.VII. Пер с англ. М.: Мир, 1968. 484 с.
 5. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. Изд. 4. М.: Металлургия, 1986. 480 с.
 6. Новиков В.Ю. Вторичная рекристаллизация. М.: Металлургия, 1990. 130 с.
 7. Иванов В.И., Осипов К.А. Возврат и рекристаллизация в металлах при быстром нагреве. М.: Наука, 1964. 186 с.

62