

ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ИЗМЕНЕНИЕ РАЗОРИЕНТИРОВКИ ГРАНИЦ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

Г.А. Салищев^{1*}, С.Ю. Миронов², С.В. Жеребцов¹, А.Н. Беляков¹

¹Белгородский государственный национальный исследовательский университет,
Победы, 85, 308015, Белгород, Россия

²Университет Тохоку, Арамаки-Аза 6-6-02, Аоба, Сендай, 980-8579, Япония

*e-mail: salishev@bsu.edu.ru

Аннотация. Изменения в разориентации разных типов границ, включая мало- и высокоугловые, двойниковые и произвольные, в том числе исходных и деформационного происхождения были изучены при пластической деформации титана и аустенитной нержавеющей стали с использованием EBSD анализа. Показано, что деформация может приводить, как к росту, так и снижению разориентировки границ, а различные сегменты тех же самых границ могут изменять разориентировку по-разному. Наибольшие изменения в разориентировке были наблюдаемы в тройных стыках. Изменение в разориентировке в ходе деформации обсуждается как результат взаимодействия границ с дислокациями и/или с другими границами.

1. Введение

Интенсивная пластическая деформация (ИПД) является основой перспективного для производства метода получения объемных металлических заготовок с субмикроструктурной структурой. Процесс измельчения микроструктуры в ходе большой пластической деформации обусловлен образованием и развитием границ деформационного происхождения [1, 2]. Формирование двух типов границ деформационного происхождения возможно при большой пластической деформации [1-3]: (1) – границы ячеек или субграниц, часто называемые случайными дислокационными границами (СДГ), возникающими при взаимном статистически случайном пересечении дислокаций и (2) – геометрически необходимые границы (ГНГ), возникающие как результат различной активности систем скольжения по обе стороны какой-либо границы. Следует отметить, что, хотя термины СДГ и ГНГ пришли из англоязычной литературы, открытие таких границ и физическое понимание причин, приводящих к их образованию, было дано Рыбиным В.В. [1]. Разориентация обоих типов границ непрерывно возрастает в ходе деформации. ГНГ могут увеличивать разориентацию вплоть до типичных значений обычного типа высокоугловых границ, в то время как разориентация СДГ возрастает только до уровня, который имеют субграницы [4]. При этом следует отметить, что полученные данные являются статистически усредненными, т.е. разориентировка границ в ходе деформации характеризуется средним углом разориентировки и долей высокоугловых границ [3]. Изменение разориентировки дислокационных границ в ходе деформации связывают с накоплением в границе дислокаций одного знака, что описывается соотношением Рида-

Шокли [5] $\theta = bd\Delta\rho$. Здесь θ угол разориентировки дислокационной границы, b – вектор Бюргерса, d – среднее расстояние между дислокациями в дислокационной границе и $\Delta\rho$ – избыточная плотность дислокаций одного знака в границе. Между тем при оценке среднего значения разориентировки теряется огромное количество информации описывающей поведение отдельных границ. В данной статье с помощью EBSD анализа исследована эволюция разориентировок отдельных границ и их взаимодействие с малоугловыми границами деформационного происхождения в ходе деформации в технически чистом титане и аустенитной нержавеющей стали.

2. Материал и методики исследований

В качестве материалов исследования были использованы технически чистый титан VT1-0 (примесей в вес. %: 0,07Fe, 0,05C, 0,012H, 0,09N, 0,1O) и аустенитная сталь S304H (состав в вес. %: 0,1C, 18,2Cr, 7,85Ni, 2,24Cu, 0,5Nb, 0,008B, 0,12N, 0,95Mn, 0,1Si, остальное Fe). Призматический образец титана размером 14×16×20 мм³ был деформирован на 40 % при температуре 400 °C и начальной скорости 10⁻³с⁻¹ на универсальном динамометре фирмы Schenk. Образец аустенитной стали размером 10×12,2×15 мм³ деформировали на 30 % при температуре 600 °C и начальной скорости деформации 10⁻³ с⁻¹ на универсальном динамометре фирмы Instron. Исследовали исходное и деформированное состояния. Микроструктура подготовленных образцов была изучена с помощью EBSD анализа. Был использован сканирующий электронный микроскоп JSM-840A, оснащенный EBSD приставкой фирмы INCA CrystalTM, и сканирующий микроскоп Quanta 600 FEG, оснащенный EBSD приставкой фирмы TSL EDAX. Карты разориентировок размером более 50000 точек, включающие несколько исходных зерен, были получены при шаге сканирования 0.1 мкм. Эффективность определения Кикучи линий составляла ~95 % и 80 % для исходного и деформированного состояния, соответственно. Неопределенным точкам была автоматически приписана ориентировка ближайших соседей для наиболее точного описания около граничной области и, соответственно, оценки разориентировки границы. В EBSD картах, приведенных в данном разделе, черные и серые линии обозначают, соответственно, высоко- и малоугловые границы. Поскольку экспериментальная ошибка измерения разориентировки посредством EBSD метода составляет ±1° [6], границы зерен с разориентировкой менее 2° были исключены из рассмотрения. С помощью EBSD метода можно получить карту, в которой ориентировка кристаллов определена в узлах сетки с заданным шагом (0,1 мкм в нашем случае). Таким образом разориентировка определяется в множестве точек вдоль границы, а также в тройных стыках. Максимальное расстояние от границы или от тройного стыка до ближайшей точки измерения не превышает 100 нм (шаг сканирования), а среднее расстояние может быть оценено в 50 нм. Учитывая, что диаметр электронного пятна составляет 10-20 нм, можно принять среднее расстояние от точки измерения до границы или тройного стыка в 40-30 нм. Изменение разориентировки вдоль границ оценивалось как относительное уменьшение или увеличение разориентировки каждого следующего участка по отношению к предыдущей точке измерения. Также была оценена разница между максимальным и минимальным значением разориентировки вдоль одной и той же границы.

3. Результаты исследований и их обсуждение

Карта разориентировок титана в исходном состоянии показана на Рис. 1. Видно, что высокоугловые границы исходных зерен образуют непрерывную «сетку», тогда как малоугловые границы наблюдаются только в отдельных зернах. Угол разориентировки большинства границ по их длине постоянен. Однако в двух случаях, показанных на

рисунке стрелками, изменения разориентировки по длине границы составляют $\sim 2^\circ$. Важно, что изменение разориентировки высокоугловой границы наблюдается в тех точках, где к ним присоединяются малоугловые границы.

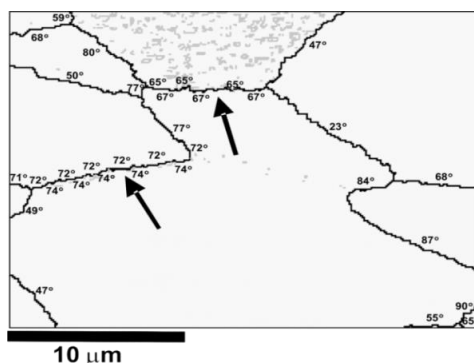


Рис. 1. Типичная карта разориентировок исходной структуры титана. Цифрами указана локальная разориентировка некоторых границ.

Типичные карты разориентировок деформированного состояния титана и аустенитной стали показаны на Рис. 2а и 3а, соответственно; отдельные характерные участки структуры выделенные пунктирными линиями более детально представлены на Рис. 2б,в и 3б,в.

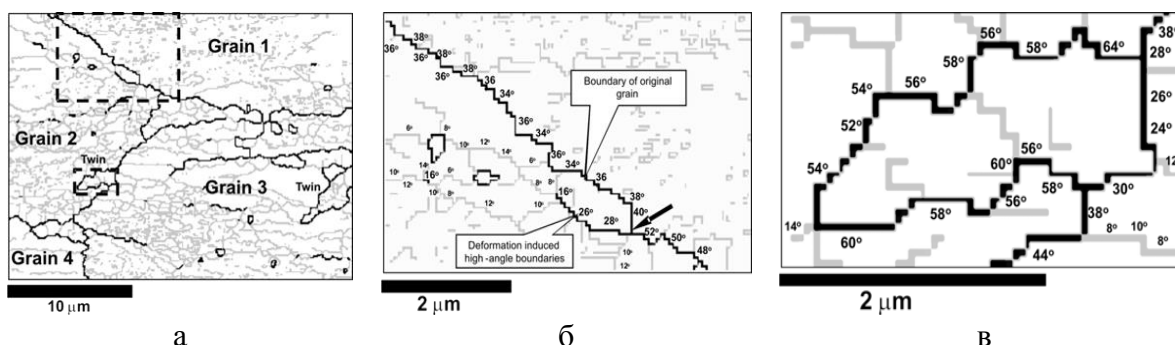


Рис. 2. Типичная карта разориентировок в деформированном титане, показывающая локальную разориентировку границ (а) и увеличенные изображения выделенных штриховой линией областей: исходная граница зерна с примыкающей вновь образованной высокоугловой границей (б) и двойник (в).

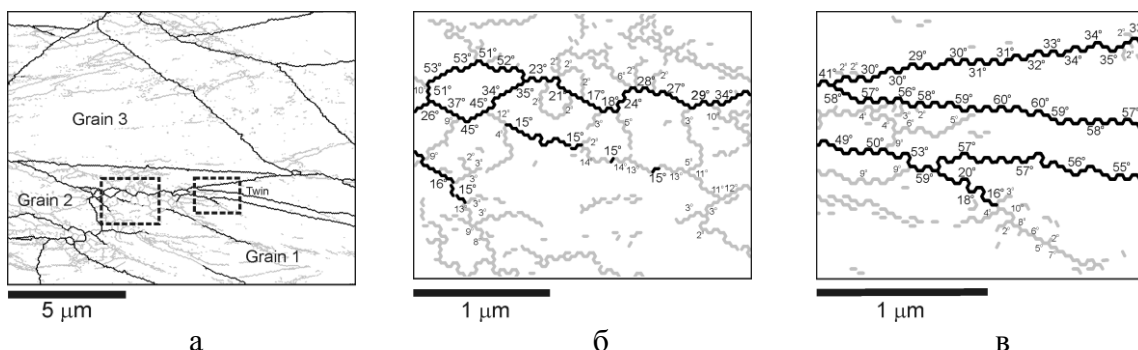


Рис. 3. Типичная карта разориентировок в деформированной аустенитной стали, показывающая высоко- и малоугловые границы (а) и увеличенные изображения выделенных областей: исходная граница зерна с примыкающими субграницами (б) и двойник (в).

Видно, что пластическая деформация существенно усложняет морфологию микроструктуры, внося большое количество малоугловых границ. В тоже время сетка исходных границ зерен все еще четко различается, что позволяет выявить в структуре вновь образованные высокоугловые границы и двойники. EBSD анализ обнаруживает изменение угла разориентировки границ по их длине в результате деформации.

На Рис. 2б и 3б видно, что как граница исходного зерна, так и мало- и высокоугловые границы деформационного происхождения имеют локальные изменения разориентировки по своей длине. Часто величина локального изменения разориентировки очень близка к величине ошибки ($\sim 2^\circ$); однако в некоторых случаях скачки разориентировок достигают 12° (указано стрелкой на Рис. 2б), что уже не может быть связано с ошибкой измерения.

В целом деформированная микроструктура показывает существенно более высокий уровень изменения разориентировки по длине границ по сравнению с исходным состоянием. Это указывает на то, что локальное изменение разориентировок границ обусловлено деформацией. Картина изменения разориентировок по длине границ довольно сложная вследствие кажущейся незакономерности этого явления: так наблюдается, как постепенное увеличение или снижение величины разориентировки по длине границы, так и колебание около некой средней величины. Например, угол разориентировки вдоль исходной границы зерна меняется от 34° до 52° (Рис. 2б).

Для лучшего понимания процесса изменения разориентировки было проведено детальное исследование границ двойников. Поскольку двойниковая граница имеет определенную, заранее известную разориентировку, двойник служит как бы природным репером для оценки изменения ориентировки в ходе деформации. Увеличенное изображение двойника деформации приведено на Рис. 2в; на рисунке указана разориентировка участков границ. Разориентировка между двойникованной областью и матрицей наиболее близко соответствует границе $\Sigma 13b$ (поворот 57.42° вокруг $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$), а двойник является двойником сжатия и очевидно принадлежит системе $\{10\bar{1}\}\langle 1012 \rangle$. Согласно [7] максимально допустимое отклонение от идеального двойникового соотношения $\Delta\theta$ (интервал Брендона) может быть определено как $\Delta\theta = 15^\circ / \sqrt{\Sigma}$, что для границы $\Sigma 13$ соответствует 4.1° . В нашем случае EBSD анализ показывает, что хотя изменения разориентировки вдоль границы были в основном близки к ошибке метода ($\approx \pm 2^\circ$), тем не менее, наблюдаются значительные локальные отклонения от max 64° до min 52° . Таким образом, можно видеть, что двойниковая граница со специальной разориентировкой частично трансформируется в ходе деформации в произвольную высокоугловую границу, поскольку отклонения от идеальной двойниковой разориентировки превышают интервал Брендона для этого типа двойников. Отметим, что впервые это наблюдалось в работе [8]. Аналогичные изменения разориентировки наблюдаются при анализе исходного двойника отжига (Рис. 3в). До деформации границы двойника имели разориентировку $60^\circ \langle 111 \rangle$, критерий Брендона для такой границы составляет 8.7° . Видно, что в процессе деформации разориентировка части двойниковой границы изменилась на угол превышающий критерий Брендона (левая часть нижней границы двойника на Рис. 3в), т.е. двойниковая граница преобразовалась в обычную высокоугловую границу зерна. Интересно отметить, что в некоторых случаях преобразование специальной двойниковой границы в границу зерна не сопровождается значительным изменением абсолютной величины разориентировки. Например, при присоединении к исходной двойниковой границе границы деформационного происхождения с разориентировкой 20° (нижняя граница двойника на Рис. 3в) разориентировка двойниковой границы становится 59° . Однако такую границу уже нельзя рассматривать как специальную границы двойника, поскольку направление

оси разориентировки отклонилось от направления $\langle 111 \rangle$ на 20° . Два важных наблюдения могут быть сделаны на основе данных, полученных из Рис. 2 и 3:

1. Пластическая деформация может приводить к уменьшению разориентировки границы. Это особенно важно в свете, полученных в [2, 4, 8, 9] результатов, где эволюция границ в ходе большой деформации обычно связывается с непрерывным ростом разориентировки границ деформационного происхождения. Разумеется, никакого противоречия здесь нет, поскольку увеличение разориентировки – это общая тенденция, полученная по результатам измерения большого количества границ, тогда как в случае отдельных границ может наблюдаться и совершенно противоположная ситуация.

2. Разориентировка различных участков одной и той же границы может изменяться по-разному: как в сторону увеличения, так и в сторону уменьшения, и неоднородно.

Для статистической оценки полученных результатов в деформированном состоянии было проанализировано 357 и 155 случаев локального изменения разориентировки границ различного типа (границ зерен исходных, двойниковых границ, мало- и высокоугловых границ внутри исходных зерен) в титане и аустенитной стали, соответственно. Распределение разориентировок по величине изменения показано на Рис. 4а. Все экспериментальные точки попадают на одну и ту же кривую, которая быстро падает с изменением разориентировок больше 2° . Максимальная наблюдаемая величина локального изменения разориентировки составляет 18° (Рис. 4а).

Часто локальное изменение разориентировки наблюдалось в тройных стыках, образуемых пересечением высокоугловой и малоугловой границы (или ответвлением малоугловой границы от высокоугловой). Чтобы количественно оценить этот эффект была определена доля изменения разориентировок, связанных с тройными стыками (Рис. 4б). Из полученной зависимости следует, что если изменения разориентировок в $2-4^\circ$ не всегда связаны с тройными стыками, то все скачки разориентировок 6° и более наблюдаются только в тройных стыках.

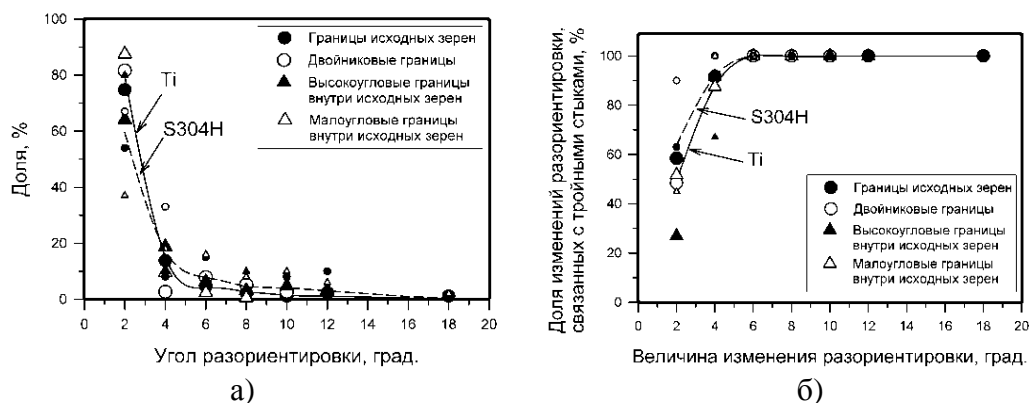


Рис. 4. Распределение разориентировок по величине локального изменения (а) и влияние взаимодействия (пересечения) границ на величину локального изменения разориентировки (б). Крупные символы соответствуют результатам, полученным при исследовании деформированного титана, мелкие – аустенитной стали.

Механизм локального изменения разориентировок границ в ходе деформации в титане и аустенитной стали можно представить с помощью упрощенной модели [10]. Множественное скольжение, типичное для области вблизи исходной границы зерна, может приводить к формированию плоского дислокационного скопления. При последующей деформации дислокационное скопление перестраивается в оборванную дислокационную стенку и, затем, в малоугловую границу, «прикрепленную» к исходной границе зерна. Развитие вторичного скольжения, вызываемого формированием

малоугловой границы, приводит к локальной разориентировке участка исходной границы, находящегося вблизи точки примыкания малоугловой границы к исходной. Тогда изменение разориентировки границ в ходе деформации может быть представлено как суперпозиция процессов поглощения решеточных дислокаций и эмиссии границей вторичных дислокаций. Таким образом, развитие вторичного скольжения должно вызывать локальное изменение разориентировки границ в любом тройном стыке. Поток дислокаций, обусловленный пластической деформацией, приводит к накоплению границей избыточных дислокаций, которые, в свою очередь, воздействуют на участок высокоугловой границы и, таким образом, обуславливают эмиссию вторичных дислокаций.

В ходе последующей деформации образовавшаяся малоугловая граница при взаимодействии с решеточными дислокациями непрерывно увеличивает свою разориентировку, что означает также взаимный разворот смежных кристаллитов друг относительно друга. Такие границы дислокационного происхождения могут рассматриваться как ГНГ, возникающие вследствие несовместности пластического течения в разных участках зерна [1, 4]; разориентировка таких границ может увеличиваться до высокоугловой области. В дальнейшем такие границы деформационного происхождения становятся источником для зарождения и роста новых малоугловых границ. Действительно, представленные выше результаты показывают, что все высокоугловые границы деформационного происхождения разветвляются, т.е. от них отходит, по крайней мере, одна малоугловая граница (Рис. 2, 3). Образование новой дислокационной границы инициирует значительные локальные напряжения, стимулирующие вторичное скольжение в тройных стыках.

Исследования титана и аустенитной стали проводились при поддержке государственных заданий Министерства образования и науки РФ подведомственным вузам в 2014 году, коды проектов №11.1816.2014/К и №1683, соответственно.

Литература

- [1] В.В. Рыбин, *Большая пластическая деформация и разрушение металлов* (Металлургия, М., 1986).
- [2] F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris // *Philosophical Transactions of the Royal Society A* **357** (1999) 1663.
- [3] N. Hansen, D.J. Jensen // *Philosophical Transactions of the Royal Society A* **357** (1999) 1447.
- [4] D. Kuhlmann-Wilsdorf, N. Hansen // *Scripta Metallurgica et Materialia* **25** (1991) 1557.
- [5] W.T. Read, W. Shockley // *Physical Review* **78** (1950) 275.
- [6] F.J. Humphreys // *Journal of Microscopy* **195** (1999) 170.
- [7] D.G. Brandon // *Acta Metallurgica* **14** (1966) 1479.
- [8] E.V. Nesterova, V.V. Rybin // *The Physics of Metals and Metallography* **59** (1985) 395.
- [9] R.K. Davis, V. Randle // *Materials Science & Engineering A* **283** (2000) 251.
- [10] G. Salishchev, S. Mironov, S. Zherebtsov, A. Belyakov // *Materials Characterization* **61** (2010) 732.

EFFECT OF DEFORMATION ON MISORIENTATIONS OF GRAIN BOUNDARIES IN METALLIC MATERIALS

G. Salishchev¹, S. Mironov², S. Zharebtsov¹, A. Belyakov¹

¹Belgorod State University, Pobeda Str., 85, Belgorod, 308015, Russia

²Tohoku University, 6-6-02 Aramaki-aza-Aoba, Sendai, 980-8579, Japan

*e-mail: salishev@bsu.edu.ru

Abstract. The changes in grain boundary misorientations during plastic deformation of titanium were studied by means of the EBSD technique. The misorientation of all types of the grain boundaries including low- and high-angle boundaries, coincident site lattice (twin) and arbitrary boundaries, deformation-induced boundaries and the boundaries of the original grains was found to change during deformation. It was shown that the deformation may result in either increasing or lowering of the boundaries misorientation and different segments of the same grain boundary may develop principally differently. The most significant changes of the boundary misorientation were found to be associated with the boundary junctions. The change in misorientations during deformation was discussed in terms of the interaction of a boundary with dislocations and/or with other boundaries.

Acknowledgements

Studies of titanium and austenitic steel were carried out with the support of state assignments of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation subordinated for the universities in 2014, project codes №11.1816.2014 / K and №1683, respectively.

References

- [1] V.V. Rybin, *Large Plastic Deformation and Fracture of Metals* (Metallurgia, Moscow, 1986). (In Russian).
- [2] F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris // *Philosophical Transactions of the Royal Society A* **357** (1999) 1663.
- [3] N. Hansen, D.J. Jensen // *Philosophical Transactions of the Royal Society A* **357** (1999) 1447.
- [4] D. Kuhlmann-Wilsdorf, N. Hansen // *Scripta Metallurgica et Materialia* **25** (1991) 1557.
- [5] W.T. Read, W. Shockley // *Physical Review* **78** (1950) 275.
- [6] F.J. Humphreys // *Journal of Microscopy* **195** (1999) 170.
- [7] D.G. Brandon // *Acta Metallurgica* **14** (1966) 1479.
- [8] E.V. Nesterova, V.V. Rybin // *The Physics of Metals and Metallography* **59** (1985) 395.
- [9] R.K. Davis, V. Randle // *Materials Science & Engineering A* **283** (2000) 251.
- [10] G. Salishchev, S. Mironov, S. Zharebtsov, A. Belyakov // *Materials Characterization* **61** (2010) 732.