

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского

**Изучение процессов рекристаллизации при
отжиге сильнодеформированных
мелкозернистых металлов**

Практикум

Рекомендовано методической комиссией физического факультета для
студентов ННГУ, обучающихся по направлениям подготовки:
03.03.02 «Физика» и 03.04.02 «Физика»

2-е издание, переработанное и дополненное

Нижегород
2020

УДК 620.1(076.5)
ББК 34.204.3я73-4
И 39

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ОТЖИГЕ СИЛЬНОДЕФОРМИРОВАННЫХ МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МЕТАЛЛОВ : практикум / А. В. Нохрин, А. В. Пискунов, Ю. Г. Лопатин, В. Н. Чувильдеев, Е. С. Смирнова, В. Н. Перевезенцев – 2-е издание. – Нижний Новгород : Нижегородский госуниверситет, 2020. - 38 с.

Рецензент: канд. физ.-мат.наук, с.н.с. НИФТИ ННГУ О.Э. Пирожникова

Научно-исследовательской целью настоящего практикума является всестороннее изучение закономерностей первичной и собирательной рекристаллизации при отжиге сильнодеформированных металлов, в том числе – изучение влияния процессов рекристаллизации на механические свойства металлов и сплавов.

Учебно-образовательной целью практикума является развитие у студентов навыков решения сложных комплексных научно-исследовательских задач в области физического материаловедения.

Практикум состоит из двух частей: теоретической и экспериментальной (практической). В теоретическом блоке коротко приведены сведения об основных закономерностях процессов рекристаллизации при отжиге деформированных металлов и сплавов, необходимые для выполнения экспериментальной части работы и теоретического анализа полученных экспериментальных результатов. Во второй - практической части работы – приведено краткое описание лабораторных работ по изучению процессов рекристаллизации.

Практикум предназначен для студентов старших курсов кафедры физического материаловедения ННГУ, изучающих дисциплины «Физика металлов, сплавов и керамик», «Физические основы прочности и пластичности» и «Физика больших пластических деформаций».

Ответственный за выпуск:
председатель методической комиссии физического факультета ННГУ,
к.ф.-м.н., доцент **А.А. Перов**

© Национальный исследовательский
Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского, 2020

1. Рекристаллизация металлов. Основные термины, понятия и уравнения

1.1. Основные понятия, определения и уравнения

В настоящее время традиционно под термином «рекристаллизация» подразумевают совокупность диффузионно-контролируемых процессов, связанных с образованием и миграцией (движением) большеугловых границ зерен. В соответствии с [1, 2] процесс рекристаллизации приводит к полной или частичной замене одних зерен, содержащих те или иные дефекты, другими зернами, более совершенными.

Здесь следует отметить, что именно фактор, связанный с образованием и миграцией большеугловых границ зерен выделяет процессы рекристаллизации от процессов возврата и полигонизации.

Под возвратом подразумевают совокупность диффузионно-контролируемых процессов, приводящих к уменьшению плотности дефектов различного вида (вакансий, решеточных дислокаций, дислокаций ориентационного несоответствия и др.), но не связанных с образованием новых большеугловых границ зерен или их миграцией [1, 2].

Под процессом полигонизации наиболее часто подразумевают процесс движения (перераспределения) решеточных дислокаций под воздействием упругих напряжений, созданных самими дислокациями, приводящий к образованию малоугловых дислокационных границ (субграниц). Часто этот процесс сопровождается взаимной аннигиляцией дислокаций противоположного знака, в связи с чем процесс полигонизации некоторые авторы рассматривают как одну из разновидностей процесса возврата.

В общем случае процессы возврата (полигонизации) и рекристаллизации являются самостоятельными процессами, интервалы протекания которых могут быть достаточно существенно разнесены по температурам (или временам) отжига (особенно, если процесс возврата связан с уменьшением плотности решеточных дислокаций, интенсивность движения которых существенна лишь при повышенных температурах отжига, зачастую превышающих температуру начала рекристаллизации). Вместе с тем в случае отжига сильно деформированных металлов и сплавов процесс возврата традиционно предшествует протеканию процесса рекристаллизации.

Следует отметить, что под возвратом часто ошибочно понимают «восстановление» физико-механических свойств материала до значений, характерных для исходного недеформированного состояния [2]. В этом случае, абстрагируясь от механизма «восстановления» физико-механических свойств (например, уменьшения предела текучести при отжиге), нет возможности «отделить», например, процесс возврата от процесса первичной рекристаллизации – и процесс возврата, и процесс первичной рекристаллизации будет приводить к монотонному уменьшению предела текучести деформированного металла.

Традиционно выделяют следующие виды рекристаллизации [1-4]:

- первичная рекристаллизация;
- собирательная рекристаллизация;
- вторичная рекристаллизация.

Данные типы процессов рекристаллизации различаются, в первую очередь, типом движущих сил (P), вызывающих процесс миграции границ зерен (см. ниже). Различие в механизмах (движущих силах) процессов рекристаллизации обуславливает и различные типы микроструктур, которые формируются в деформированных металлах при последующем отжиге.

К настоящему моменту существует целый ряд классических монографий [1-3], в которых физика и феноменология процессов рекристаллизации при отжиге деформированных металлов описана достаточно подробно. В связи с этим мы не будем подробно здесь останавливаться на этом вопросе, а лишь перечислим кратко основные понятия (концепты), используемые при описании процессов рекристаллизации металлических материалов.

1. *Пороговая деформация* – минимальная деформация, при достижении которой в материале наблюдается процесс рекристаллизации.

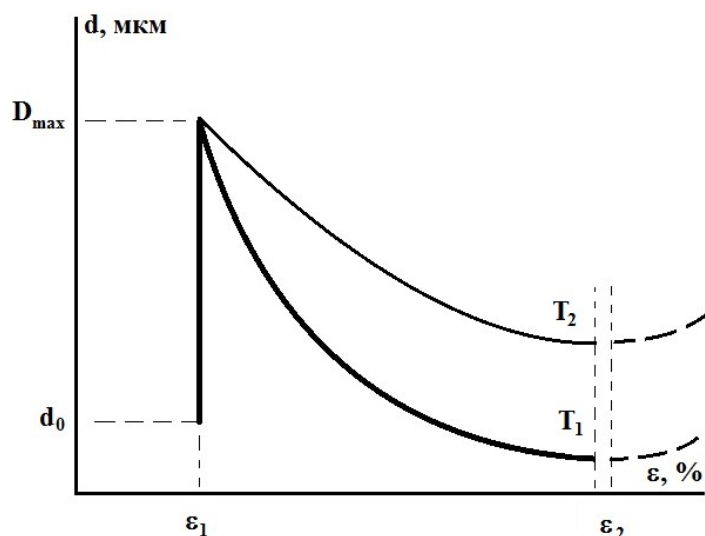


Рис.1 Зависимость размера рекристаллизованного зерна от степени деформации. Схема

Традиционно эта величина определяется путем построения зависимости размера рекристаллизованного зерна от степени предварительной деформации при заданной температуре и времени отжига (см. рис. 1).

2. *Температура начала рекристаллизации* (T_1) – температура, при которой после заданного времени выдержки (t_1) – времени инкубационного периода – начинается процесс рекристаллизации.

3. *Инкубационный период рекристаллизации* (t_1) – характерное время, при заданной температуре выдержки T_1 после истечения которого в материале «стартует» процесс рекристаллизации.

4. *Объемная доля* охваченного рекристаллизацией материала $f_r(t, T)$ – относительный объем материала, в котором прошел процесс рекристаллизации при заданной температуре и времени выдержки.

5. *Зародыши рекристаллизации* – области бездефектного материала, окруженные большеугловыми границами зерен, рост которых приводит к постепенному переходу всей структуры в рекристаллизованное состояние.

Вопрос о механизмах формирования зародышей до настоящего времени остается открытым [1-3]. Обсуждаются две основных точки зрения (именно точки зрения, а не модели, т.к. количественная модель формирования зародыша до настоящего времени отсутствует). В соответствии с первой - зародыши возникают во время деформации. В соответствии со второй моделью - зародыши возникают после деформации во время нагрева – например, в течение инкубационного периода.

Прежде чем перейти к описанию процесса рекристаллизации в сильнодеформированных металлических материалах опишем основные идеи и уравнения, используемые для описания процесса рекристаллизации и миграции в поликристаллических материалах.

1. Скорость миграции V_m границ зерен описывается обычным выражением [1, 2]:

$$V_m = M \cdot P, \quad (1)$$

где M – подвижность границ зерен, P – движущая сила миграции.

2. Подвижность неравновесных границ зерен M^* существенно отличается от подвижности равновесных M_b . Как известно, в случае движения равновесной границы для ее миграционного перемещения не требуется осуществления диффузионного массопереноса на большие расстояния, и все необходимые диффузионные перестройки атомов происходят в слое примерно равном ширине границы зерна δ . Подвижность границ в этом случае определяется выражением [1, 4-5]:

$$M_b = D_b \delta / kT. \quad (2)$$

где D_b – коэффициент зернограницной диффузии, T – абсолютная температура (в К), k – постоянная Больцмана.

В случае неравновесной границы зерна для ее миграции необходимо обеспечить диффузионные потоки, позволяющие переместить распределенные в границе зерна дефекты. Подвижность границы зерна в этом случае определяется выражением [5]:

$$M^{-1} = M_b^{-1} + M_\omega^{-1} + M_\rho^{-1} + M_w^{-1}, \quad (3)$$

где M_ω – подвижность дисклинаций, возникающих в стыках зерен в результате сложения дополнительных разворотов границы, обусловленных сидячими (нормальными) компонентами делокализованных дислокаций, M_ρ – подвижность дислокаций ориентационного несоответствия (ДОН), M_w – подвижность скользящих компонент делокализованных дислокаций.

Расчет подвижности указанных дефектов приведен в [5]. Выражения для оценки значений подвижности имеют вид:

$$M_\omega = M_b \left(\frac{b}{d} \right)^2 \frac{1}{\omega^2}, \quad (4)$$

$$M_\rho = M_b \left(\frac{b}{d} \right) \frac{1}{\rho_b \Delta b}, \quad (5)$$

$$M_w = M_b \left(\frac{b}{d} \right) \frac{1}{w_t}, \quad (6)$$

где $\rho_b \Delta b$ – плотность ДОН, ω – мощность дисклинационного диполя, d – средний размер зерна, w_t – плотность вектора Бюргера скользящих компонент делокализованных дислокаций, b – вектор Бюргера.

5. Движущая сила миграции границ зерен в случае наличия в структуре повышенной плотности дефектов (в первую очередь – решеточных дислокаций с плотностью ρ_v) может быть представлена в виде [1-2, 4]:

$$P_\rho = Gb^2 \rho_v, \quad (7)$$

где G – модуль сдвига.

6. Движущая сила миграции границ зерен, связанная с их поверхностным натяжением и стремлением системы уменьшить их площадь в мелкозернистом материале, в первом приближении может быть представлена в виде [1-2, 4]:

$$P_\gamma = \gamma_b / d, \quad (8)$$

где γ_b – удельная энергия границы зерна.

7. Наличие в границе зерна распределенных дефектов приводит к появлению дополнительных движущих сил миграции границ. Новые движущие силы миграции связаны с взаимодействием полей внешних и

внутренних напряжений с полями напряжений, создаваемых указанными дефектами.

Сила, действующая на границу зерна в поле внешних напряжений (σ) и внутренних напряжений (σ_i), может быть представлена в виде:

$$P = (\sigma + \sigma_i)(\varphi_1 \rho_b \Delta b + \varphi_2 w_t + \varphi_3 \omega). \quad (9)$$

Величина σ_i в грубом приближении может быть определена по формуле:

$$\sigma_i = \varphi_1 G(\rho_b \Delta b) + \varphi_2 G w_t + \varphi_3 G \omega. \quad (10)$$

Здесь $\varphi_{1,2,3}$ – численные коэффициенты порядка единицы.

1.2 Первичная рекристаллизация

Под первичной рекристаллизацией обычно подразумевают совокупность процессов, связанных с зарождением (образованием) большеугловых границ зерен и их миграцией в деформированной матрице до момента, когда большая часть деформированного материала окажется рекристаллизованным.

Движущей силой первичной рекристаллизации является уменьшение запасенной энергии (накопленной в процессе предварительной деформации), связанной с присутствием в структуре сильнодеформированного металла повышенной плотности дефектов (как правило – решеточной дислокаций).

Удельная (на единицу длины дислокации) упругая энергия искажений кристаллической решетки, связанная с одной дислокацией, может быть рассчитана следующим образом [4]:

$$E_{\perp} = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{d}{r_0} - 1\right), \quad (11)$$

где G – модуль сдвига, b – вектор Бюргерса, ν - коэффициент Пуассона, d – размер зерна, r_0 – радиус ядра дислокации.

Здесь важно отметить, что первичная рекристаллизация может протекать как непосредственно в процессе пластической деформации, так и в процессе последующего отжига сильнодеформированного материала.

Увеличение объемной доли рекристаллизованной структуры в процессе отжига обычно описывается уравнением Авраами [1-3]:

$$f_r = 1 - \exp(-(t/\tau)^n), \quad (12)$$

где n – численный эксперимент (коэффициент Аврами), t – время отжига, τ – характерное время диффузионного процесса, определяемое с помощью уравнения:

$$\tau = \tau_0 \exp(Q_{R1}/kT), \quad (13)$$

где τ_0 – предэкспоненциальный множитель, Q_{R1} – энергия активации первичной рекристаллизации, k – постоянная Больцмана, T – температура отжига (в К).

Таким образом, обычная процедура определения энергии активации первичной рекристаллизации Q_{R1} состоит в следующем:

- экспериментальным путем построить зависимость объемной доли рекристаллизованной структуры от времени отжига $f_r(t)$ при различных температурах ($T_1, T_2 > T_1, T_3 > T_2$ и т.д.) (см. рис. 2б);
- с помощью уравнения (12) для каждой из температур отжига (T_1, T_2, T_3) по зависимости $f_r(t)$ в двойных логарифмических координатах $\ln(\ln(1-f_r)) - \ln t$ определить величину коэффициента Аврами (n)¹ и величину $n \cdot \ln t$ (рис. 2в);
- определить характерное время $\ln t$ для каждой из температур отжига (T_1, T_2, T_3 и т.д.);
- определить энергию активации первичной рекристаллизации Q_{R1} (в kT_m) по углу наклона зависимости $\ln t - T_m/T$ (см. рис. 2г), где T_m – абсолютная температура плавления материала (в К).

Величина энергии активации первичной рекристаллизации Q_{R1} обычно близка к энергии активации диффузии по неравновесным границам зерен в меди и лежит в интервале от $\sim 4 kT_m$ до $10 kT_m$ (энергия активации диффузии по равновесным границам зерен в меди составляет $9.6 kT_m$).

Для грубой (предварительной) оценки энергии активации первичной рекристаллизации Q_{R1} можно воспользоваться данными по зависимости скорости миграции границ зерен V_m в условиях первичной рекристаллизации от температуры отжига: $V_m = V_{m0} \exp(Q_{R1}/kT)$ [3]. Зависимость $V_m(T)$ в полулогарифмических координатах $\ln V_m - T_m/T$ может быть представлена прямой линией, угол наклона которой соответствует энергии активации миграции границ зерен в условиях первичной рекристаллизации.

¹ Значения коэффициента n в уравнении Аврами (2) для некоторых металлов может быть постоянной величиной ($n \sim \text{const}$) в достаточно широком интервале температур отжига. В этом случае при расчете величин $\ln \tau_1(T_1), \ln \tau_2(T_2), \ln \tau_3(T_3)$ допускается брать среднее значение n – среднее из выборки $n_1(T_1), n_2(T_2), n_3(T_3)$ и т.д.

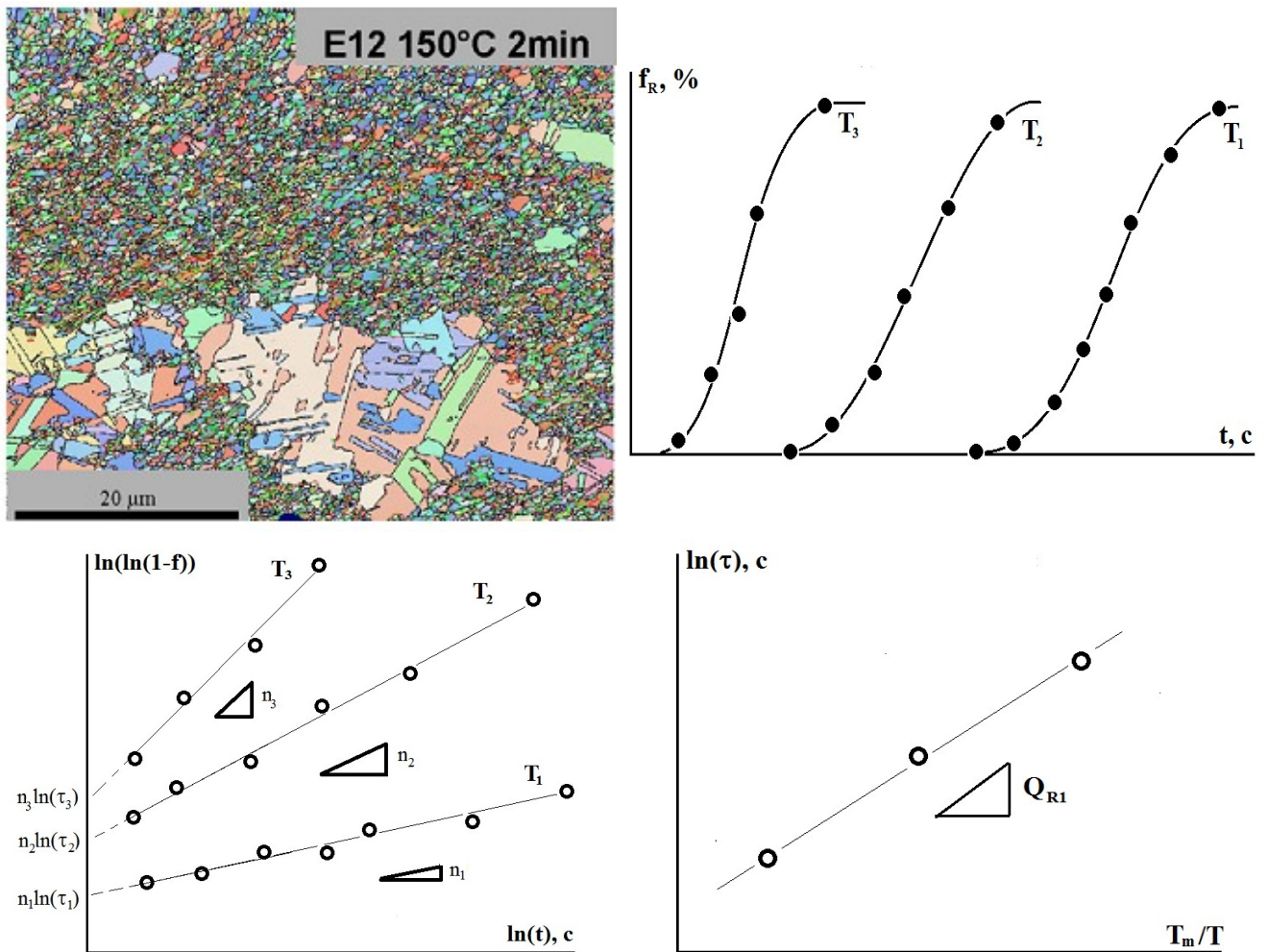


Рис. 2 Процедура определения энергии активации процесса первичной рекристаллизации при отжиге сильнодеформированных металлов. Температуры отжига $T_1 < T_2 < T_3$

Отметим, что в реальном поликристалле при первичной рекристаллизации зерна приходят в соприкосновение между собой в разные моменты времени, в разных точках своей поверхности и по окончании процесса первичной рекристаллизации они имеют неправильную форму (см. рис. 2а). При этом непосредственно в процессе первичной рекристаллизации формируется неоднородная разнотельная структура, определение среднего размера зерна в которой и объемной доли рекристаллизованной структуры представляет собой весьма нетривиальную экспериментально-методическую задачу (рис. 2а). Корректное решение этой задачи требует от экспериментатора исследований существенно большего числа областей металлографического шлифа (по сравнению с нормальным ростом зерен, когда структура металла остается равноосной).

В связи с этим вопрос о процедуре «выделения» температурно-временных интервалов первичной и собирательной рекристаллизации и, соответственно, корректное определение характеристик этих процессов, является одним из наиболее актуальных с практической точки зрения.

Здесь важно обсудить вопрос о зародышах рекристаллизации и влиянии степени предварительной деформации на характер процессов рекристаллизации.

Предположим, что зародыши рекристаллизации (по крайней мере в условиях больших пластических деформаций), формируются в процессе деформации. Это предположение позволяет по-новому взглянуть на природу зародыша рекристаллизации. Если большеугловые границы, окружающие зародыш, образуются в процессе деформации, то очевидно, что они не могут быть равновесными – свободными от внесенных «лишних» дефектов.

В этом случае можно уточнить введенное определение зародыша. Классическое определение зародыша как области «хорошего материала», окруженной большеугловыми границами, следует дополнить некоторым уточнением – окруженной неравновесными большеугловыми границами, т.е. границами, содержащими внесенные при деформации дефекты. В этом случае поведение зародыша в значительной степени будет зависеть от поведения дефектов, формирующихся на его границах при предварительной деформации.

Предположим далее, что относительная доля занятого зародышами объема по отношению к общему объему материала $f(\varepsilon)$ пропорциональна доле большеугловых границ зерен в материале. Это очевидное предположение, поскольку именно наличие большеугловых границ - в соответствии с определением - обеспечивает появление зародыша и именно движение большеугловых границ – в соответствии с определением рекристаллизации – является основным механизмом ее протекания. С этой точки зрения спектр разориентировок оказывается важнейшим структурным параметром материала, определяющим характер его рекристаллизации. К сожалению, в настоящее время полная картина эволюции спектра разориентировок при пластической деформации отсутствует. Известны, как было описано выше, лишь некоторые фрагменты этой картины. Поэтому для предварительной оценки мы будем опираться на гипотетический график зависимости занятого зародышами объема от степени деформации (см. рис. 3).

Выделим на этой кривой три участка. При малых допороговых деформациях ($\varepsilon < \varepsilon_1$) структура при нагреве после деформации не рекристаллизуется. При «средних» деформациях ($\varepsilon_1 < \varepsilon < \varepsilon_2$) в структуре возникают отдельные зародыши рекристаллизации, причем их число тем выше, чем выше степень деформации. При достаточно «больших» пластических деформациях ($\varepsilon > \varepsilon_2$) образуется непрерывная сетка большеугловых границ, и почти все фрагменты фрагментированной

структуры представляют собой «зерна». Подчеркнем, что в случае $\epsilon \geq \epsilon_2$ все «фрагменты» оказываются зародышами рекристаллизации и, следовательно, весь объем металла в состоянии после пластической деформации оказывается «рекристаллизованным».

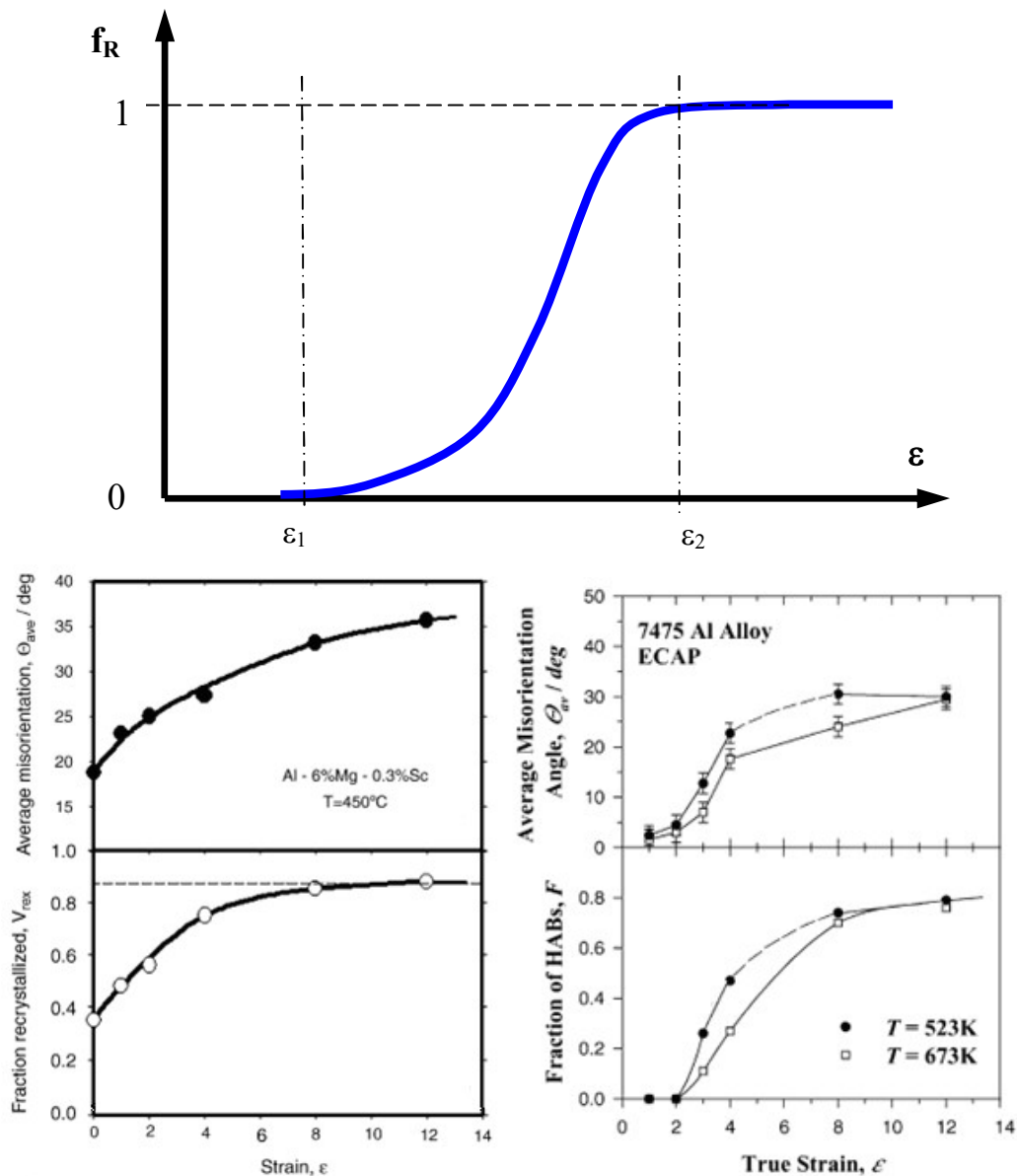


Рис.3 Зависимость объемной доли материала, занятого зародышами рекристаллизации от степени деформации: а – схема [6], б – эксперимент [7, 8]

Отметим, что именно увеличение объемной доли зародышей рекристаллизации в процессе пластической деформации и является причиной уменьшения среднего размера рекристаллизованного зерна (см. рис. 1). Увеличение числа зародышей рекристаллизации в процессе пластической деформации приводит к уменьшению среднего расстояния между ними и, как следствие, к уменьшению расстояния λ_R , которое нужно пройти мигрирующей границе зерна до встречи с границей зерна, мигрирующей от «соседнего» зародыша рекристаллизации.

В связи с этим многие экспериментаторы для предварительного определения значений ε_1 и ε_2 ранее (в силу отсутствия оборудования для измерения спектра разориентировок границ зерен) предпочитали использовать зависимость размера рекристаллизованного зерна от степени предварительной деформации (рис. 1).

1.3 Собирательная рекристаллизация

Обычно предполагается, что собирательная рекристаллизация, представляющая собой процесс миграции большеугловых границ зерен и «поедание» одних (более мелких) зерен другими (более крупными), следует непосредственно за окончанием первичной рекристаллизации.

При собирательной рекристаллизации, движущей силой которой является уменьшение энергии, связанной с границами зерен (см. уравнение (8)), все границы мигрируют приблизительно с одинаковой скоростью, что проявляется в том, что в любой момент времени средний размер зерна на разных участках образца примерно одинаков. В связи с этим процесс собирательной рекристаллизации часто называют также *нормальным ростом зерен*.

Следует еще раз отметить, что в большинстве случаев начало собирательной рекристаллизации может не совпадать с моментом окончания первичной рекристаллизации. В некоторых участках структуры еще может идти первичная рекристаллизация, а в других, когда зерна пришли в соприкосновение, может начаться собирательная рекристаллизация.

В рамках модели собирательной рекристаллизации скорость роста зерен \dot{d} определяется выражением [5]:

$$\dot{d} = M_b P_\gamma = \gamma_b \delta b D_b^* / kT \quad (14)$$

Здесь $M_b = D_b^* \delta b / kT$ - подвижность границы, $D_b^* = D_{b0}^* \exp(-Q_b^*/kT)$ - коэффициент зернограницной диффузии, D_{b0}^* - предэкспоненциальный множитель и Q_b^* - энергия активации самодиффузии в неравновесных границах зерен, δ - ширина границы, b - вектор Бюргерса, k - постоянная Больцмана, T - абсолютная температура.

При $D_b^*(t) = \text{const}$ интегрирование выражения (14) дает:

$$d^2 - d_0^2 = 2\gamma_b b t \delta D_b^* / kT \quad (15)$$

Таким образом, в общем случае, зависимость среднего размера зерна от времени отжига в условиях собирательной рекристаллизации имеет степенной вид:

$$d^n - d_0^n = KD_b^* t, \quad (16)$$

где K – коэффициент, зависящий от термодинамических и кристаллографических параметров материала.

Величина коэффициента n в случае чистых металлов составляет $n \sim 2$. При этом в металлах технической чистоты величина коэффициента n может лежать в интервале от 2 до 4 ($n=2-4$). Это отклонение от нормального закона роста (15) обусловлено, как правило, взаимодействием мигрирующих границ зерен с атомами примесей (легирующих элементов) и частицами второй фазы.

Наиболее известным случаем торможения миграции границ зерен в условиях собирательной рекристаллизации является эффект Зинера – стабилизация мелкозернистой структуры за счет присутствия в структуре металла нано- и ультрадисперсных частиц второй фазы. Силу, препятствующую миграции границ зерен за счет наличия частиц второй фазы, называют силой Зинера [1, 9]:

$$F_Z = \gamma_b f_v(t) / R_v(t), \quad (17)$$

где f_v и R_v – объемная доля и средний размер частиц второй фазы.

Отметим, что в случае дисперсного упрочнения, когда частицы второй фазы выделяются и растут при распаде твердого раствора, величина F_Z может немонотонно изменяться во времени отжига: сначала возрастет, когда процесс выделения частиц второй фазы доминирует над их ростом, а потом – уменьшаться, когда практически все частицы выделились и далее (с увеличением времени и/или температуры отжига) происходит только их рост.

Как известно, для роста зерен в сплаве с частицами эффективная движущая сила миграции границ зерен (P_m) должна быть выше нуля [1]:

$$P_m = P_p - P_z \geq 0. \quad (18)$$

Уравнение для скорости миграции границ зерен в случае собирательной рекристаллизации может быть представлено в виде:

$$\dot{d} = M_b (\gamma_b / d - f_v \gamma_b / R_v). \quad (19)$$

Отметим, что температура старта миграции границ в сплаве будет отличаться от температуры начала рекристаллизации в чистом металле T_1 .

Пусть в исходном состоянии легирующие атомы находятся в твердом растворе. В этом случае объёмная доля частиц второй фазы $f_v=0$ и сила Зинера (см. (17)), препятствующая миграции границ зерен, отсутствует. При нагреве

до температуры T_1 граница начинает миграционное движение и встречает на своем пути атомы легирующего элемента. В случае, когда коэффициент распределения этого элемента меньше единицы ($K_c < 1$), атомы стремятся «выйти» на границу зерна [5], и через некоторое время в результате «заметания» таких атомов на границе может возникнуть пересыщение, которое приведет к выделению дисперсных частиц на границе зерна (см. рис. 4а). Выделившиеся частицы могут закрепить границу зерна.

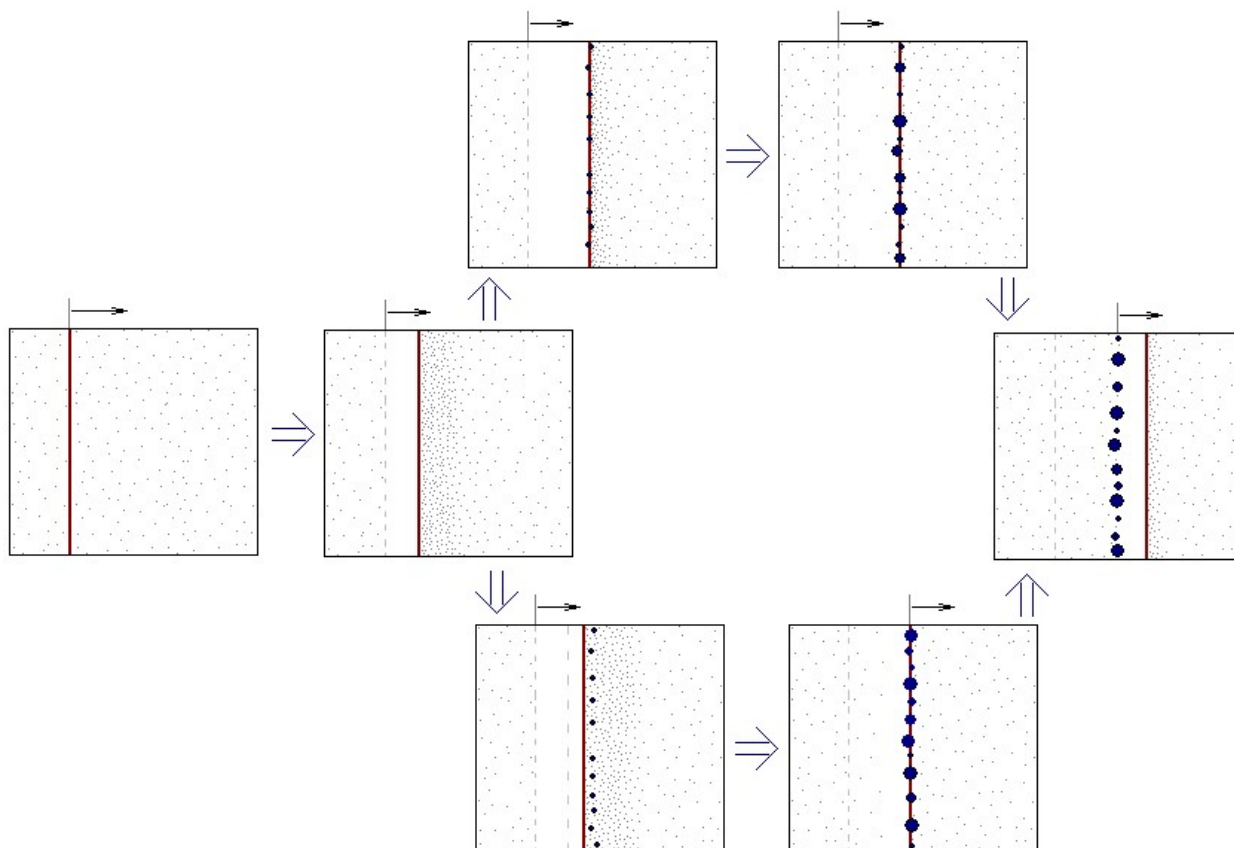


Рис. 4 Влияние дисперсных частиц на миграцию границы: а) легирующие элементы стремятся выйти на границу зерна ($K_c < 1$), б) легирующие элементы «отталкиваются» от границы зерна ($K_c > 1$)

В другом случае, когда коэффициент распределения легирующего элемента больше единицы ($K_c > 1$), атомы «отталкиваются» от границы [5], и через некоторое время в объеме «перед» границей возникнет пересыщение, достаточное для выделения частиц в решетке (см. рис. 4б). Выделившиеся в объеме частицы также могут остановить миграционное движение границы зерна.

Из геометрических соображений нетрудно оценить и путь миграции при заданной концентрации атомов легирующих элементов, и необходимую для закрепления объемную долю и размер частиц. Ясно, однако, что при обычных концентрациях вблизи предела растворимости в объеме, путь, который будет

пройден границей до «остановки», и в первом, и во втором случае будет невелик $x < d$, и его трудно чётко зафиксировать экспериментально.

Таким образом, начавшая движение граница в сплаве почти сразу будет «закреплена» выделившимися частицами, и температура начала рекристаллизации в сплаве будет связана с возможностью её «открепления» от таких частиц.

В соответствии с (18) это условие может быть представлено в виде:

$$\gamma_b / d \geq f_v \gamma_b / R_v. \quad (20)$$

Если предположить для простоты, что выделение частиц полностью завершилось, и $f_v = f_v^*$ достигло своего максимального значения, то:

$$f_v^* = C(\text{ат.}\%) / n_c, \quad (21)$$

где n_c – доля легирующих атомов в выделяющейся частице [10] (например, для сплавов Cu-Cr, в которых выделяются частицы хрома [10], $n_c = 1$), то в (19) единственным существенно изменяющимся во времени параметром оказывается размер частиц R_v . В этом случае условие начала рекристаллизации – условие открепления границы от частиц – может быть представлено как условие на размер частиц:

$$R_v > R_1 = f_v^* \gamma_b / d. \quad (22)$$

Рост частиц, распределенных на границах зерен при $f_v = \text{const}$, как известно, может быть описан с помощью уравнения [9-11]

$$R_v^m - R_0^m = K_1 t, \quad (23)$$

где R_0 – начальный размер частицы, m – численный коэффициент, $K_1(D)$ – параметр, зависящий от коэффициента диффузии по границам зерен D_b или по ядрам решеточных дислокаций D_d [10].

Отметим, что в соответствии с моделью когерентного распада твердого раствора [10], величина коэффициента m в законе роста частиц (23) оказывается связанной с величиной коэффициента n в уравнении Джонсона - Мела - Авраами – Колмогорова, описывающего кинетику распада твердого раствора:

$$f_v(t, T) = f_{v0} [1 - \exp(-(t/\tau)^q)], \quad (24)$$

где f_{v0} – максимальная объемная доля частиц второй фазы, выделяющихся из твердого раствора при данной температуре T , $\tau = \tau_0 \exp(Q/kT)$ – характерное время протекания процесса, Q и q – энергия активации и численный параметр (коэффициент интенсивности распада), соответственно, характеризующие механизм распада [10].

Таким образом, «управляя» процессом выделения и роста частиц второй фазы, можно эффективно стабилизировать мелкозернистую структуру сильнодеформированных металлов и сплавов.

В связи с заметным влиянием атомов легирующих элементов (примесей) и частиц второй фазы на миграционную подвижность границ зерен, перед определением диффузионных свойств границ зерен необходимо определить величину коэффициента n в уравнении (16). Для этого необходимо построить зависимости среднего размера зерна от времени отжига (при фиксированной температуре) и по углу наклона этих зависимостей в логарифмических координатах $\ln(d)-\ln(t)$ определить величину коэффициента n для заданного интервала температур отжига (см. рис. 5а).

После этого, по углу наклона зависимости размера зерна от температуры отжига в полулогарифмических координатах $\ln(d^n-d_0^n) - T_m/T$, определить величину энергии активации собирательной рекристаллизации Q_{R2} (см. рис.5б).

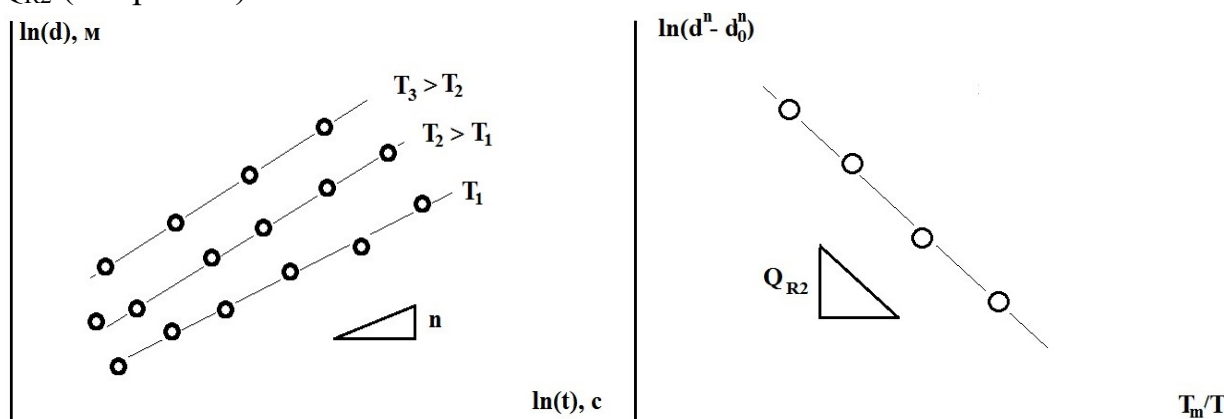


Рис. 5 Процедура определения энергии активации роста зерен в условиях собирательной рекристаллизации. Схема

1.4 Температура начала рекристаллизации

При отжиге в чистых мелкозернистых металлах осуществляются процессы диффузионно-контролируемого перераспределения дефектов в границах зерен. Эти процессы приводят к уменьшению плотности дефектов. Скорость этих процессов зависит от температуры отжига, структурных параметров материала и исходной плотности дефектов в границах.

Снижение плотности дефектов в границах зерен в ходе выдержки сильнодеформированных металлов в течение времени t при температуре $T < T_l$ приводит к следующим изменениям свойств:

- снижается величина избыточного свободного объема в границах зерен, что в соответствии с [5] приводит к уменьшению степени отклонения энергии активации зернограницной диффузии от равновесного значения Q_b . Это объясняет зависимость энергии активации миграции границ зерен от температуры и времени нагрева (см. например [12]);

- снижается вклад дефектов в миграционную подвижность границ - при определенном времени выдержки плотность распределенных в границах дефектов становится так мала, что они перестают препятствовать миграции границ. Это объясняет наличие пороговой температуры рекристаллизации и зависимость этой температуры от времени отжига;

- уменьшение мощности дефектного слоя на границах зерен приводит к снижению уровня связанных с ним внутренних напряжений и, соответственно, к снижению предела текучести и твердости материала [13].

Начало движения границ зародыша - начало рекристаллизации - в такой модели становится возможным лишь при снижении плотности избыточных дефектов в границах до некоторой пороговой величины w^* . Уменьшение плотности дефектов от w_0 до w^* контролируется диффузией в неравновесных границах зародыша рекристаллизации и при заданном времени нагрева t^* достигается при определенной температуре T_1 , называемой температурой начала рекристаллизации (ТНР).

Перейдем к подробному описанию модели.

Один из ключевых вопросов теории рекристаллизации - вопрос о природе зародыша рекристаллизации. Классическая традиция описания рекристаллизации (по аналогии с обычной кристаллизацией) как процесса зарождения и роста зародышей требует в первую очередь описания кинетики образования зародышей. До настоящего времени в этом вопросе нет достаточной ясности. Зародыши, как это следует из эксперимента, представляют собой свободные от дефектов участки матрицы, окруженные большеугловыми границами, способными к миграции. Обычный размер зародыша возникающего после больших пластических деформаций, ~ 0.1 мкм [14-17]. Классическая флуктуационная теория зарождения (гомогенного или гетерогенного) не в состоянии объяснить появление зародышей рекристаллизации такого размера [1].

Для объяснения появления зародышей используются две основные гипотезы. В соответствии с первой - зародыши формируются при предварительной деформации. В соответствии со второй - зародыши могут возникать и в процессе перестройки дефектов при отжиге деформированной

структуры. Первая гипотеза - формирование большеугловых границ зерен во время предварительной деформации - представляется более правдоподобной.

Против этой гипотезы обычно выдвигается два возражения. Во-первых, по мнению критиков, она не позволяет ответить на вопрос о том, с чем связано наличие инкубационного периода рекристаллизации (если зародыш полностью сформирован во время предварительно деформации - почему миграционное движение его границ не начинается сразу?). Во-вторых, почему возникший зародыш не «схлопывается» под действием сил поверхностного натяжения границ (еще, во время инкубационного периода, т.е. до того, как он начнет двигаться под действием обычных сил первичной рекристаллизации)?

По нашему мнению, указанные вопросы могут быть легко разрешены, если несколько изменить определение зародыша рекристаллизации. Классическое определение зародыша как области «хорошего материала», окруженной большеугловыми границами, следует дополнить некоторым уточнением - окруженной большеугловыми границами, содержащими внесенные при предварительной деформации дефекты.

Покажем, что это небольшое уточнение позволяет не только снять все описанные выше затруднения, но также и обеспечивает возможность построения количественной модели рекристаллизации, позволяющей, например, вычислить температуру начала рекристаллизации (ТНР) и другие ее параметры.

Как было показано в [5], в процессе взаимодействия внутризеренного решеточного скольжения с границами зерен на границах формируется дефектный слой, который в общем случае может быть описан как система дислокаций ориентационного несоответствия (ДОН), характеризующаяся плотностью $\rho_b \Delta b$ и продуктами их делокализации, характеризующихся плотностью скользящих (w_t) и сидячих (w_n) компонент вектора Бюргерса делокализованных дислокаций.

Уравнения, описывающие кинетику накопления этих дефектов при деформации подробно описаны в [5]. При нагреве, в отсутствие деформации, накопленные в границах дефекты диффузионно «покидают» границу, аннигилируя с дефектами противоположного знака, накапливающимися на других границах.

В основе предложенной модели лежат развитые нами ранее представления о поведении и свойствах границ зерен, содержащих внесенные дислокации: модели диффузии в неравновесных границах зерен и модели миграции границ, содержащих дислокации ориентационного

несоответствия и продукты их делокализации [5]. Кратко сформулируем основные идеи, которые легли в основу последующего анализа.

Прежде всего, мы исходим из общепринятого представления о том, что зародыш рекристаллизации в мелкозернистом сильнодеформированном металле представляет собой свободную от дефектов область решетки (зерно), окруженную большеугловыми границами [1-4]. Это представление дополнено предположением, что в исходном состоянии большеугловые границы зародыша рекристаллизации не являются равновесными, а содержат некоторую избыточную плотность w_0 внесенных дислокаций, попавших в границы в процессе предварительной деформации, создающей микрокристаллическую структуру металла.

Кинетические уравнения, описывающие изменение плотности дефектов в границах имеют в этом случае достаточно простой вид:

$$\dot{\rho}_b = -\frac{\rho_b}{t_1}, \quad t_1^{-1} = \rho_b^3 \left(\frac{\delta D_b^*}{A_1} \right) \left(\frac{G\Omega}{kT} \right) \quad (25)$$

$$\dot{w}_t = -\frac{w_t}{t_2}, \quad t_2^{-1} = C_1 w_t \left(\frac{\delta D_b^*}{d_*^2 \Delta b_t} \right) \left(\frac{G\Omega}{kT} \right) \quad (26)$$

$$\dot{w}_n = -\frac{w_n}{t_3}, \quad t_3^{-1} = \left(\frac{\delta D_b^*}{A_1 d_*^3} \right) \left(\frac{G\Omega}{kT} \right) \quad (27)$$

где d_* - характерный масштаб диффузионного аккомодационного массопереноса, сопоставимый с начальным размером зерна d_0 .

В общем случае подвижность границ, содержащих указанные выше дефекты, определяется выражением (3). Сравнивая выражения для подвижностей, нетрудно убедиться, что наименьшей подвижностью обладают стыковые дисклинации (M_ω , см. уравнение (4)) и именно их поведение главным образом контролирует скорость миграции границ зерен.

Наличие существенной зависимости подвижности границ от плотности распределенных в них дефектов приводит к важному выводу: границы, содержащие высокую плотность дефектов, не могут быстро мигрировать (даже при наличии больших движущих сил). То есть границы зародыша рекристаллизации, содержащие дефекты, не смогут начать движение до тех пор, пока процессы возврата не снизят плотность дефектов в границах до такой величины, при которой дефекты перестанут препятствовать миграции.

В качестве простого критерия такого снижения плотности дефектов можно назначить условие $M_b = M_\omega$, соответствующее снижению мощности дефектов до такого уровня, при котором подвижность дефектов становится

равной подвижности бездефектной границы. Приравнявая M_b и M_ω , с учетом (3)-(4), получим:

$$\omega^* = b/d, \quad (28)$$

Заметим, что в рамках такого описания становятся очевидными ответы на вопросы об "инкубационном периоде" и "схлопывании зародыша". "Наполненная дефектами" граница не может начать миграцию до тех пор, пока плотность дефектов не упадет ниже определенного уровня. Это требует определенного времени, называемого инкубационным периодом.

Итак, предположим, что условием начала миграции границ зародыша является устранение из его границ избыточной плотности дефектов и повышение подвижности его границ до величины M_b . Как уже отмечалось, это условие можно представить в виде (28).

Кинетика снижения мощности стыковых дисклинаций описывается выражением (27) (в силу равенства $\omega = \sum_{i=1}^k w_n^i = \psi w_n$ это уравнение описывает также кинетику накопления дисклинаций в стыках зерен (n – число сопрягающихся в стыках границ, ψ – численный коэффициент $\sim 0.01-0.1$)). Интегрируя это выражение, получим зависимость $\omega(t)$ в виде:

$$\omega(t) = \omega_0 \exp(-t/t_3) \quad (29)$$

где ω_0 – исходная мощность стыковых дисклинаций (до начала нагрева), зависящая от величины предварительной деформации.

Приравнявая значения ω^* и $\omega(t)$ и подставляя выражение (27) для t_3 , нетрудно определить время t_R , после истечения которого граница может начать мигрировать:

$$t_R = t_3 \ln\left(\frac{\omega_0}{\omega^*}\right) = \left[\left(\frac{G\Omega}{kT} \right) \left(\frac{\delta D_{b0}^* \exp(-Q_b^*/kT)}{d_*^3} \right) \frac{1}{A_1} \right]^{-1} \ln\left(\frac{\omega_0}{\omega^*}\right) \quad (30)$$

Это время может быть интерпретировано как время "инкубационного периода" до начала рекристаллизации. Как видно из полученного выражения время t_R существенно зависит от температуры отжига.

Назначив конкретную величину t^* – время выдержки, из соотношения (30) нетрудно определить температуру начала рекристаллизации:

$$\frac{T_R}{T_m} = \frac{Q_b^*}{kT_m} \frac{1}{\ln\left(\frac{D_{b0}\delta}{d_*^3} \left(\frac{G\Omega}{kT} \right) \frac{t^*}{A_1} \ln \frac{\omega_0}{\omega^*} \right)} \quad (31)$$

Экспериментальная проверка корректности полученного уравнения является одной из задач настоящего практикума (см. ниже).

2. Экспериментальная часть

2.1. Подготовительная часть работы

1. Ознакомиться с принципами проведения металлографического исследования структуры, в том числе, с основными этапами подготовки металлографического шлифа и выявления структуры металла. Ознакомиться с процедурой определения среднего размера зерна (см. ГОСТ 21073.0-75 «Металлы цветные. Определение величины зерна. Общие требования», ГОСТ 5639-82 «Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна», ГОСТ Р ИСО 643-2011 «Сталь. Металлографическое определение наблюдаемого размера зерна» и т.д.) и объемной доли рекристаллизованной структуры с использованием программы «GoodGrains». Сдать технику безопасности и получить допуск для работы по выявлению структуры с использованием электролитического или химического травления структуры. Определить оптимальные режимы химического или электрохимического выявления микроструктуры сплава.
2. Ознакомиться с устройством и принципом работы металлографического интерференционного микроскопа НЕОФОТ-32 (или аналогичного, например, Leica IM DRM (см. рис. 6)). Сдать технику безопасности и получить допуск для работы на металлографическом микроскопе.



Рис. 6. Общий вид оптического микроскопа Leica DM IRM

3. Ознакомиться с устройством и принципом работы микротвердомера (ПМТ-3М (см. рис. 7) или аналогичного, например HVS1000, на котором будут проводиться исследования). Изучить нормативно-техническую документацию, описывающую процедуру определения микротвердости (ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников», ГОСТ 2999-75 «Металлы и сплавы. Метод определения твердости по Виккерсу», ГОСТ Р ИСО 65071-1-2007 «Металлы и сплавы. Измерения твердости по Виккерсу»). Сдать технику безопасности и получить допуск для работы с использованием микротвердомера ПМТ-3М или аналогичного. Определить оптимальные условия измерения микротвердости материала (величину нагрузки, время индентирования, число измерений).



Рис. 7. Общий вид микротвердомера ПМТ-3

4. Ознакомиться с устройством и принципом работы прибора SIGMATEST 2.069 (см. рис. 8) для измерения удельной электропроводности вихретоковым методом. Сдать технику безопасности и получить допуск для работы с прибором SIGMATEST 2.069. Определить оптимальные условия измерения электропроводности и изучить процедуру пересчета удельной электропроводности в удельное электросопротивление.



Рис. 8. Прибор для измерения электропроводности SIGMATEST 2.069

5. Ознакомиться с устройством и принципом работы воздушной печи типа «СНОЛ» или аналогичной (например, ЭКПС-10), с использованием которой будет проводиться термическая обработка металлов. Сдать технику безопасности и получить допуск для работы с использованием воздушной печи².

2.2. Образцы для проведения исследований

1. Образцы высокочистой меди или медного сплава³ получают путем индукционного литья в вакууме с использованием литейной машины INDUTHERM VTC-200. Полученные образцы имеют квадратное сечение $14 \times 14 \text{ мм}^2$ или $20 \times 20 \text{ мм}^2$.



² При проведении лабораторной работы студентам рекомендуется проводить отжиг образцов в одной и той же печи. Перед началом работы рекомендуется рассчитать характерное время прогрева образца при средней (или минимальной) температуре отжига.

³ Допускается замена меди (медного сплава) на алюминий (алюминиевый сплав).

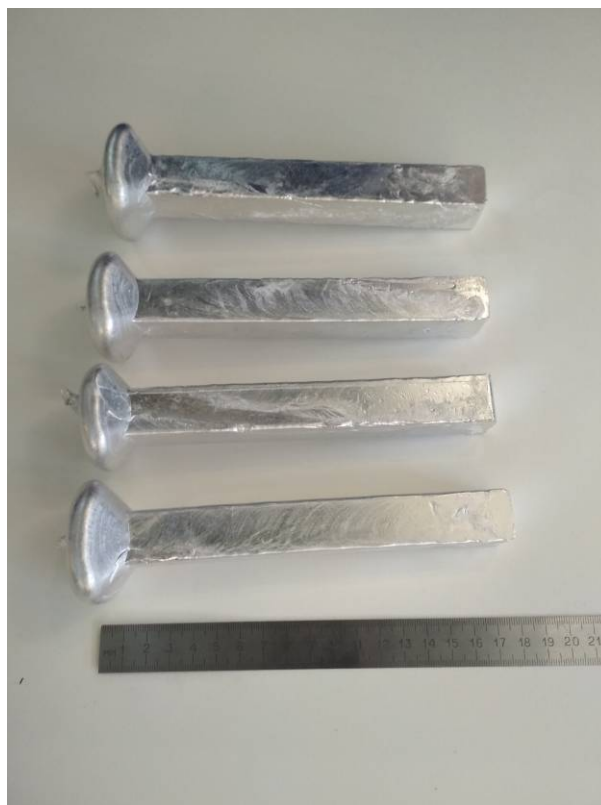


Рис. 9 Общий вид образцов медного и алюминиевого сплавов, полученных методом индукционного литья

2. От полученной литой заготовки отрезается образец свидетель квадратного сечения $14 \times 14 \text{ мм}^2$ или $20 \times 20 \text{ мм}^2$. На данном образце студентами проводится отработка методик измерений: методики исследований структуры методом металлографии, методики измерения микротвердости, методики измерения удельного электросопротивления.
3. Оставшаяся литая заготовка разрезается вдоль на пластины толщиной не более 4.5 мм, длина которых соответствует длине литой заготовки. Получившиеся пластины толщиной 4.5 мм подвергаются холодной деформации прокаткой на заданную степень деформации⁴. (Степень предварительной деформации и число образцов для исследований определяется преподавателем или инженером, ответственным за проведение лабораторной работы).
4. Полученные заготовки нарезаются на образцы квадратного сечения ($7 \times 7 \text{ мм}^2$ или $10 \times 10 \text{ мм}^2$), которые подвергаются отжигу в воздушной печи. (Температура и время отжига определяется преподавателем или инженером, ответственным за проведение лабораторной работы).

⁴ Допускается применение образцов, мелкозернистая структура в которых сформирована методом равноканального углового прессования или ротационной ковки.

5. После отжига образцы подвергаются механической шлифовке и полировке с помощью алмазных паст до уровня шероховатости не более 1 мкм (алмазная паста 0/1)⁵. Полученные образцы подвергаются химическому или электрохимическому травлению для выявления структуры. (Режим травления определяется экспериментально инженером, ответственным за проведение данного блока работ. Выбранный режим травления должен обеспечивать четкое выявление рекристаллизованных зерен (см. рис. 10)).

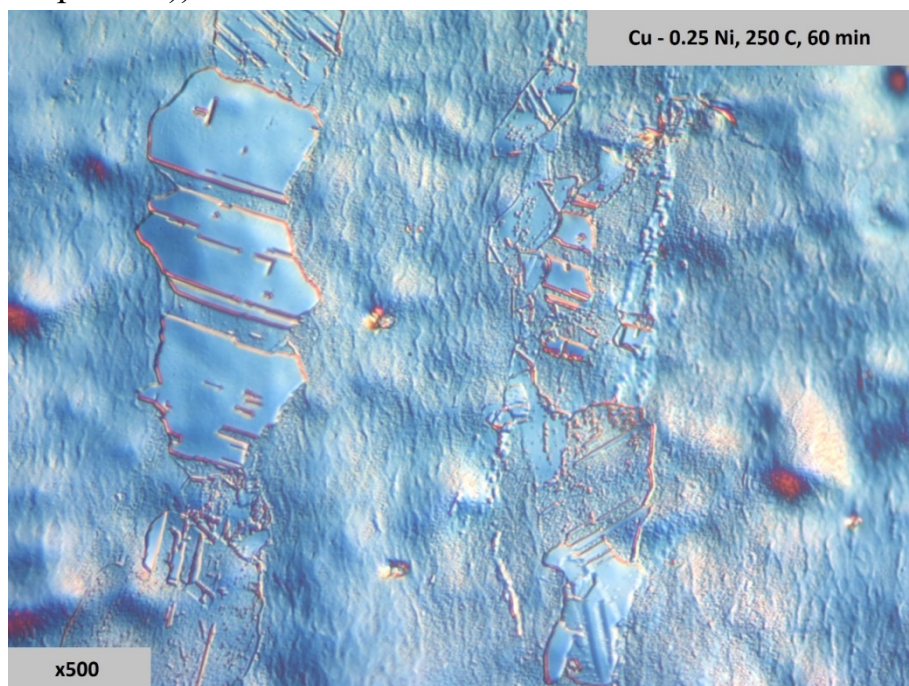


Рис. 10 Процесс первичной рекристаллизации в сплаве Cu-0.25Ni. Холодная прокатка (деформация 50%) и отжиг 250 °С, 1 ч

2.3. Проведение исследований

Лабораторная работа №1. Определение критической степени деформации

1. Используя образцы подвергнутые различным степеням деформации, построить зависимость среднего размера рекристаллизованного зерна (при фиксированном времени отжига, например, 30 мин) от степени предварительной деформации.
2. По полученным зависимостям определить критические степени деформации ϵ_1 и ϵ_2 .

⁵ Операции шлифовки и полировки образцов рекомендуется проводить не запрессовывая образцы в бакелит, температура затвердевания которого (180-200 °С) может превышать температуру начала рекристаллизации в мелкозернистой меди или алюминии.

3. Провести измерения микротвердости рекристаллизованных образцов при различных нагрузках. (Выбранные значения нагрузок должны обеспечивать изменение средней длины диагонали отпечатка от размера, меньше или сопоставимого с размером рекристаллизованного зерна, до размера, сопоставимого не менее чем с 10 размерами рекристаллизованных зерен).
4. Построить зависимость микротвердости (измеренной при различных нагрузках) от размера зерна в координатах $H - d^{-1/2}$. Объяснить причину влияния величины приложенной нагрузки (при измерении микротвердости) на характер зависимости $H - d^{-1/2}$.
5. По углу наклона полученной зависимости определить величину коэффициента Холла-Петча K и сравнить полученное значение с известными литературными данными. Объяснить причину влияния величины приложенной нагрузки (при измерении микротвердости) на величину коэффициента зернограничного упрочнения K .
6. С использованием зависимости $H - d^{-1/2}$ определить величину H_0 в уравнении Холла-Петча ($H=H_0+Kd^{-1/2}$). Объяснить причину влияния величины приложенной нагрузки (при измерении микротвердости) на величину H_0 .
7. Измерить микротвердость H_0 литого образца-свидетеля (см. пп.2 п.2.2). Объяснить причину отличия величины H_0 , определенной на литом образце, от величины H_0 , определяемой с помощью уравнения Холла-Петча.
8. Измерить величину удельного электросопротивления на исходном крупнозернистом образце и на образцах с различной степенью предварительной деформации. Построить зависимость удельного электросопротивления от степени деформации и объяснить полученный результат⁶.

Лабораторная работа №2. Изучение первичной рекристаллизации при отжиге сильнодеформированного металла

1. Построить зависимость микротвердости от температуры отжига (при фиксированном времени отжига)⁷. Определить по данной зависимости температуру начала первичной рекристаллизации T_1 (см. рис. 11).

⁶ Дополнительное задание

⁷ Рекомендуется начинать отжиг от температуры 100 °С и далее идти с шагом в 25 °С до момента, когда микротвёрдость сплава перестанет изменяться. Время отжига рекомендуется выбирать не менее 30 мин.

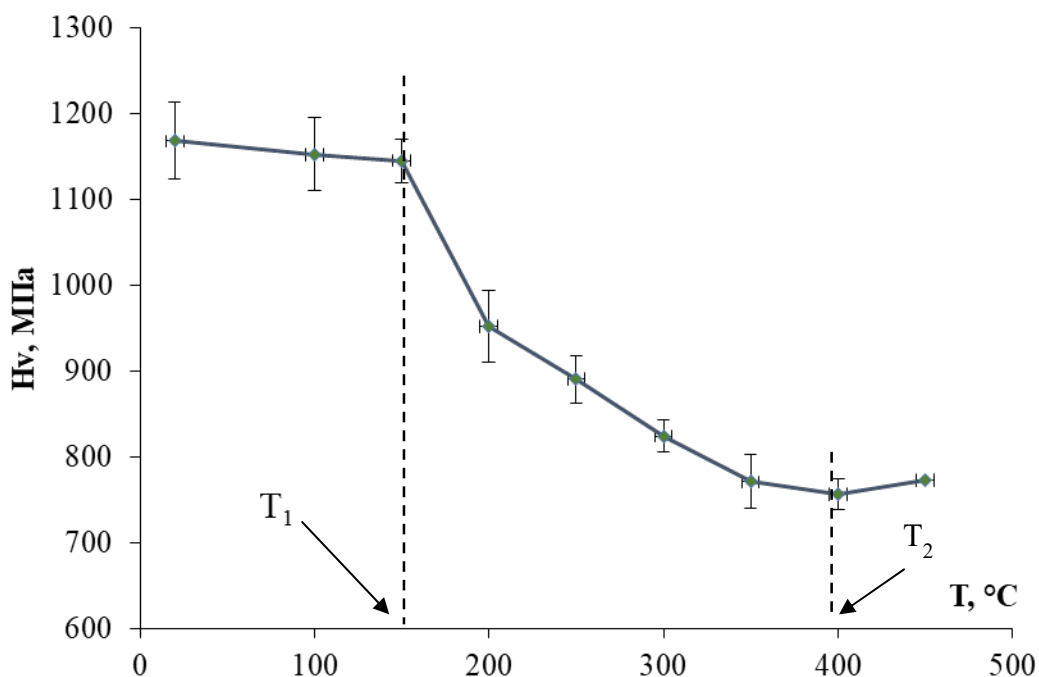


Рис. 11. График зависимости микротвердости высокочистой холоднодеформированной (степень деформации 77%) меди M00k от температуры 30-минутного отжига

- Провести измерения среднего размера зерна от температуры отжига⁸. Построить зависимость микротвердости от размера зерна в координатах $H - d^{-1/2}$. Определить среднюю величину коэффициента Холла-Петча K и сравнить полученное значение с известными литературными данными. Объяснить влияние температуры отжига на величину коэффициента Холла-Петча (K).
- В интервале температур отжига $T_{отж} > T_1$ построить зависимости объемной доли рекристаллизованной структуры f_R (см. рис. 2б) и среднего размера рекристаллизованного зерна D_R от времени отжига (при заданной температуре отжига). Построить данные зависимости не менее чем для трех температур отжига. (Температуры отжига определяются преподавателем или инженером, ответственным за проведение лабораторной работы⁹).

⁸ При проведении металлографического исследования следует обращать внимание на характер пространственного распределения рекристаллизованных зерен на поверхности шлифа – поскольку процесс деформации образца может иметь локализованный характер (деформация осуществляется за счет распространения полос локализованной деформации), то распределение рекристаллизованных зерен может «наследовать» характер распределения полос локализованной деформации. Это обстоятельство следует принимать во внимание и при выборе оптимального числа измерений микротвердости.

⁹ Рекомендуется, чтобы температуры изотермических отжигов отличались друг от друга не менее чем на 25 °C (оптимально – 50 °C). Первая температура отжига может соответствовать температуре начала рекристаллизации (T_1), а две другие – отличаться от

4. Воспользовавшись уравнением Аврами (12), определите значения коэффициента Аврами (n) и характерное время протекания процесса рекристаллизации ($\ln\tau$) для каждой из изотерм $f_R(t)$ (см. рис. 2в).
5. Построить зависимость характерного времени τ от температуры отжига в координатах $\ln\tau - T_m/T$, по углу наклона которой определить энергию активации первичной рекристаллизации Q_{R1} .
6. Используя уравнение (30) рассчитать величину энергии активации зернограничной диффузии Q_b , соответствующую экспериментально измеренной величине температуры начала рекристаллизации T_1 (см. п.п.1 п.2.3.2). Объяснить причины расхождения величин Q_{R1} (см. п.п.4) и Q_b .
7. Провести измерения микротвердости и построить зависимость микротвердости от времени изотермического отжига при различных температурах. Построить зависимость микротвердости от размера зерна в координатах $H - d^{-1/2}$. Определить среднюю величину коэффициента Холла-Петча K и сравнить полученное значение с известными литературными данными. Объяснить влияние температуры отжига на величину коэффициента Холла-Петча (K).
8. Измерить зависимость удельного электросопротивления от времени и температуры отжига. Объяснить наблюдаемые результаты.

Лабораторная работа №3. Изучение собирательной рекристаллизации при отжиге сильнодеформированного металла

1. Построить зависимость среднего размера рекристаллизованного зерна от температуры отжига. Определить температуры отжига (не менее трех температур T_1, T_2, T_3) при которых будет изучаться кинетика миграции границ зерен в условиях собирательной рекристаллизации.
2. Построить зависимости среднего размера рекристаллизованного зерна D_R от времени отжига (при заданной температуре отжига). Построить данные зависимости не менее чем для трех температур отжига. (Температуры отжига определяются преподавателем или инженером, ответственным за проведение лабораторной работы).
3. Воспользовавшись уравнением (16), определить величину коэффициента n в уравнении, описывающем зависимость $d(t_{отж})$ (см. рис. 5а).
4. Построить зависимость среднего размера зерна от температуры отжига в полулогарифмических координатах $\ln(d^n - d_0^n) - T_m/T$. Определить

нее на 25-50 °С. Времена отжига для каждой из температур должны отличаться – рекомендуется времена отжига выбирать таким образом, чтобы на зависимости $f_R(t)$ и $D_R(t)$ было не менее 5-10 экспериментальных «точек».

величину энергии активации собирательной рекристаллизации Q_{R2} по углу наклона этой зависимости (см. рис. 5б). Сопоставить полученное значение Q_{R2} с табличными данными по энергии активации зернограницной диффузии [18] и объяснить обнаруженное расхождение.

5. Провести измерения микротвердости и построить зависимость микротвердости от времени изотермического отжига при различных температурах. Построить зависимость микротвердости от размера зерна в координатах $N - d^{-1/2}$. Определить среднюю величину коэффициента Холла-Петча K и сравнить полученное значение с известными литературными данными. Объяснить влияние температуры отжига на величину коэффициента Холла-Петча. Сравнить значения коэффициента K для стадий первичной и собирательной рекристаллизации и объяснить их отличие.
6. Измерить зависимость удельного электросопротивления от времени и температуры отжига. Объяснить наблюдаемые результаты.

Дополнительные задания для групповой работы (по лабораторным работам №2-3)

Студентам выдаются образцы сплавов, отличающиеся концентрацией легирующих элементов¹⁰.

После проведения исследований в соответствии с планом работ (см. описание лабораторных работ №2-3) студенты в группе проводят анализ влияния концентрации легирующих элементов и совместной (группой) анализируют полученные результаты.

На выбор преподавателя проводится анализ следующих зависимостей:

- зависимости микротвёрдости и удельного электросопротивления от концентрации легирующих элементов в крупнокристаллических и мелкозернистых сплавах (без отжига);
- зависимости температуры начала рекристаллизации или времени инкубационного периода рекристаллизации от концентрации легирующих элементов;
- зависимости среднего размера рекристаллизованного зерна или объемной доли рекристаллизованной структуры (при заданной температуре отжига) от концентрации легирующих элементов;
- зависимости энергии активации рекристаллизации от концентрации легирующих элементов.

¹⁰ Рекомендуется выбирать концентрации легирующих элементов таким образом, чтобы при отжиге не происходило выделение частиц второй фазы.

Лабораторная работа №4. Изучение процессов рекристаллизации в мелкозернистых сплавах с частицами

1. В качестве объектов исследования выступают медные или алюминиевые сплавы¹¹ с различным содержанием легирующих элементов, концентрация которых превышает предел растворимости.

Сплавы перед проведением лабораторной работы рекомендуется подвергнуть закалке в воду для растворения первичных частиц, которые могли образоваться в процессе кристаллизации.

Каждому студенту выдается один сплав.

2. Провести измерения микротвердости, удельного электросопротивления и измерить средний размер зерна в литых и мелкозернистых¹² сплавах.

Постройте зависимость микротвердости, удельного электросопротивления и среднего размера зерна от концентрации легирующих элементов в сплаве. Объясните наблюдаемые зависимости.

3. С использованием правила аддитивности (см. [19-21]) рассчитайте теоретическую зависимость удельного электросопротивления от концентрации легирующих элементов. Сопоставьте друг с другом экспериментальную и теоретическую зависимости. Объясните расхождение.

4. Постройте зависимости микротвердости, удельного электросопротивления и среднего размера зерна от температуры 30-минутного отжига мелкозернистого медного или алюминиевого сплава.

5. С использованием описанного в [19, 20] метода, на основании анализа зависимости удельного электросопротивления от температуры отжига, рассчитайте зависимость объемной доли выделившихся частиц второй фазы (f_v) от температуры отжига.

6. С использованием уравнения Зинера (см. уравнения (17)-(19)), на основании совместного анализа зависимости среднего размера зерна от температуры отжига $d(T)$ и зависимости объемной доли частиц второй фазы от температуры отжига $f_v(T)$, рассчитайте зависимость размера выделившихся частиц от температуры отжига $R_1(T)$.

7. С использованием уравнения Орована¹³ альтернативным способом рассчитайте зависимость размера выделившихся частиц от температуры отжига $R_2(T)$.

¹¹ В качестве основных материалов для проведения лабораторной работы являются медные сплавы Cu-Cr (хромовые бронзы) или алюминиевые сплавы Al-(Sc,Zr).

¹² В случае возможности выявить структуру металлографическим методом

¹³ в случае, если происходит выделение некогерентных частиц второй фазы.

Объясните различие в характере зависимостей $R_1(T)$ и $R_2(T)$.

8. Постройте зависимость температуры начала рекристаллизации от концентрации легирующих элементов в сплаве и объясните получившийся график с использованием сведений, представленных в теоретическом разделе учебного пособия.

2.4 Оформление отчетных материалов

1. Отчет должен содержать следующие обязательные разделы:

- титульный лист (см. Приложение 4);
- реферат с постановкой задачи;
- краткое описание теоретической части работы, в которой следует привести сведения, которые будут необходимы студенту для анализа полученных результатов и/или для подготовки ответов на вопросы преподавателя;
- список используемых терминов, обозначений и сокращений;
- описание объекта исследований и используемых методик, включая описание процедуры расчёта экспериментальных погрешностей;
- результаты экспериментальных исследований (с обязательным приложением к отчету протоколов, оформленных в соответствии с Приложениями 1-3);
- обобщение результатов исследований, в котором должны быть представлены результаты анализа полученных экспериментальных данных в соответствии с планом лабораторной работы;
- выводы, в которых следует указать основные результаты, полученные Вами при выполнении лабораторной работы (механизм процесса рекристаллизации, величину коэффициента Холла-Петча, энергию активации рекристаллизации и пр. – в соответствии с планом лабораторной работы);
- список используемой литературы.

2. При оформлении отчета следует придерживаться требований ГОСТ 7.32-2017, при оформлении списка литературы – требований ГОСТ 7.1-2003.

Список литературы

1. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. М. : МИСИС, 2005. 432 с.
2. Кан Р. У. Возврат и рекристаллизация. В кн.: Физическое металловедение: в 3 т. / под.ред. Р. Кан, П. Хаазена. М. :Металлургия, 1987. Т. 2. с. 434-508.
3. Рекристаллизация металлических материалов / под ред. Ф. Хеснера, М.: Metallurgiya, 1982. 352 с.
4. Перевезенцев В. Н., Щербань М. Ю. Рекристаллизация металлов и сплавов. Учебное пособие. Н.Новгород: ННГУ, 2000. 62 с.
5. Чувильдеев В. Н. Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения, М. : Физматлит, 2004. 304 с.
6. Рыбин В. В. Закономерности формирования мезоструктур в ходе развитой пластической деформации // Вопросы материаловедения. 2002. №1(29). С. 11-34.
7. Sitdikov O., Sakai T., Avtokratova E., Kaibyshev R., Miura H., Sakai T. Grain refinement in a commercial Al-Mg-Sc alloy under hot ECAP conditions // Materials Science and Engineering A. 2007. V. 444. P. 18-30.
8. Prangnell P. B., Bowen J. R., Apps P. J. Ultra-fine grain structures in aluminum alloys by severe plastic deformation processing // Materials Science and Engineering A. 2004. V. 375-377. P. 178-185.
9. Мартин Дж., Доэрти Р. Стабильность микроструктуры металлических систем. М. : Атомиздат, 1978. 280 с.
10. Чувильдеев В. Н., Смирнова Е. С., Копылов В. И. Исследование механизмов распада твердого раствора в литых и микрокристаллических сплавах системы Al-Sc. Часть 2. Модель распада твердого раствора при образовании когерентных частиц второй фазы // Металлы. 2012. № 4. С. 70-84.
11. Мартин Дж. Микромеханизмы дисперсионного твердения сплавов. М. : Metallurgiya, 1983. 167 с.
12. Валиев Р. З., Александров И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М. : Логос, 2000. 272 с.
13. Петряев А. В., Чувильдеев В. Н. Микромеханизмы зернограничного возврата при отжиге после деформации. Часть II. Возврат предела текучести в мелкозернистых материалах // Физика металлов и металловедение. 2001. Т. 92. № 6. С. 20-26.

14. Segal V. M., Beyerlein I. J., Tome C. N., Chuvil'deev V. N., Kopylov V. I. Fundamentals and Engineering of Severe Plastic Deformation. New York: Nova Science Publishers, 2010. 549 p.
15. Langdon T. G., Valiev R. Z. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // Progress in Materials Science. 2006. V. 51. Iss. 7. P. 881-891.
16. Сегал В. М., Резников В. И., Дробышевский А. Е., Копылов В. И. Пластическая обработка металлов простым сдвигом // Известия АН СССР. Металлы. 1981. № 1. С. 99-105.
17. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М. : Металлургия, 1986. 224 с.
18. Фрост Г. Дж., Эшби М. Ф. Карты механизмов деформации. Челябинск: Металлургия, 1989. 328 с.
19. Чувильдеев В. Н., Нохрин А. В., Пирожникова О. Э., Смирнова Е. С., Грязнов М. Ю., Макаров И. М., Лопатин Ю. Г., Щавлева А. В., Копылов В. И. Стабильность структуры нано- и микрокристаллических материалов, полученных методами интенсивного пластического деформирования. Н.Новгород, изд-во ННГУ, 2006, 189 с.
20. Чувильдеев В. Н., Смирнова Е. С., Копылов В. И. Исследование механизмов распада твердого раствора в литых и микрокристаллических сплавах системы Al-Sc. Часть 2. Модель распада твердого раствора при образовании когерентных частиц второй фазы // Металлы. 2012. №4. С. 70-84.
21. Чувильдеев В. Н., Нохрин А. В., Смирнова Е. С., Копылов В. И. Исследование механизмов распада твердого раствора в литых и микрокристаллических сплавах системы Al-Sc. Часть 3. Анализ экспериментальных данных // Металлы. 2012. №6. С. 82-91.

Протокол металлографического исследования

Материал: _____
 (дается максимально полное описание исследуемого материала: его марка, химический состав и т.д.)

Режим предварительной деформации: _____
 деформации) (описывается вид деформации (прокатка, ковка) и степень деформации)

Геометрические размеры образцов: _____
 (указывается форма и геометрические размеры образцов)

Используемое оборудование для исследований структуры: _____
 (указывается тип и марка микроскопа)

Режим травления: _____
 (указывается способ травления, состав электролита и режим травления)

Оборудование для термической обработки: _____
 (указывается тип печи, марка печи и точность поддержания температуры в печи)

Результаты экспериментальных исследований

№ обр.	$T_{отж}, ^\circ C$	$t_{отж}, мин$	$S_R, \%$	$\Delta S_R, \%$	$D_R, мкм$	$\Delta D_R, мкм$	$\langle d \rangle, мкм$
1.							
2.							
3.							
4.							
5.							
6.							
7.							
8.							

Примечание:

Гистограммы распределения зерен по размерам для каждого из режимов отжига приведены в приложении А к протоколу.

Исследования провели:

Студент 1 _____ / _____
 (подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Студент 2 _____ / _____
 (подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Ответственный за проведение лабораторной работы

_____ / _____
 (подпись представителя УВП кафедры) (Фамилия И.О. ответственного)

« _____ » 202 ____ г.
 (дата заполнения протокола)

Протокол измерения микротвердости

Материал: _____
(дается максимально полное описание исследуемого материала: его марка, химический состав и т.д.)

Режим обработки: _____
(описывается вид и степень деформации)

Геометрические размеры образцов: _____
(указывается форма и геометрические размеры образцов)

Оборудование, используемое для измерения твердости: _____
(указывается тип и марка микротвердомера)

Режим измерения: _____
(указывается величина приложенной нагрузки, время индентирования, число измерений)

Оборудование для термической обработки: _____
(указывается тип печи, марка печи и точность поддержания температуры в печи)

Результаты экспериментальных исследований

№ обр.	$T_{отж}, ^\circ C$	$t_{отж}, \text{мин}$	Длина диагонали №1 (L_1), мкм	Длина диагонали №2 (L_2), мкм	Средняя длина диагонали ($\langle L \rangle$), мкм	ΔL , мкм	Микротвердость Н, МПа	ΔH , МПа
1.								
2.								
3.								
4.								
5.								
6.								
7.								
8.								
9.								
10.								

Исследования провели:

Студент 1 _____ / _____
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Студент 2 _____ / _____
(подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Ответственный за проведение лабораторной работы

_____ / _____
(подпись представителя УВП кафедры) (Фамилия И.О. ответственного)

« _____ » _____ 202 ____ г.
(дата заполнения протокола)

Протокол измерения электросопротивления

Материал: _____
 (дается максимально полное описание исследуемого материала: его марка, химический состав и т.д.)

Режим предварительной деформации: _____
 (описывается вид и степень деформации)

Геометрические размеры образцов: _____
 (указывается форма и геометрические размеры образцов)

Используемое оборудование: _____
 (указывается тип и марка прибора)

Оборудование для термической обработки: _____
 (указывается тип печи, марка печи и точность поддержания температуры в печи)

Результаты экспериментальных исследований

№ обр.	T _{отж} , °C	t _{отж} , мин	Величина удельной электропроводности		УЭС, мкОм·см
			мкСм	IACS, %	
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					
6.					
7.					
8.					
9.					
10.					

Исследования провели:

Студент 1 _____ / _____
 (подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Студент 2 _____ / _____
 (подпись студента) (Фамилия И.О. студента)

Ответственный за проведение лабораторной работы

_____ / _____
 (подпись представителя УВП кафедры) (Фамилия И.О. ответственного)

« _____ » _____ 202 ____ г.
 (дата заполнения протокола)

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского (ННГУ)

Физический факультет ННГУ
Кафедра физического материаловедения ННГУ

**ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ
ПРИ ОТЖИГЕ СИЛЬНОДЕФОРМИРОВАННЫХ
МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МЕТАЛЛОВ**
(Отчет по лабораторной работе)

Учебный курс: _____
(приводится полное название учебного курса, по которому проводится работа)

Выполнили
студенты _____ группы:

_____ / _____ (подпись студента) / Фамилия И.О. студента
_____ / _____ (подпись студента) / Фамилия И.О. студента
_____ / _____ (подпись студента) / Фамилия И.О. студента

«Отчет принят»:

Преподаватель, уч.степень, уч.звание _____ / _____
(подпись преподавателя) / Фамилия И.О. преподавателя

« _____ » _____ 202 ____ г.

Инженер - ответственный за проведение
исследований и технику безопасности _____ / _____
(подпись ответственного) / Фамилия И.О. ответственного

Нижегород 202 ____ г.

**ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ
РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ОТЖИГЕ
СИЛЬНОДЕФОРМИРОВАННЫХ
МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МЕТАЛЛОВ**

Практикум

Авторы:

Алексей Владимирович Нохрин
Александр Владимирович Пискунов
Юрий Геннадьевич Лопатин
Владимир Николаевич Чувильдеев
Елена Сергеевна Смирнова
Владимир Николаевич Перевезенцев

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский
государственный университет им. Н.И. Лобачевского»
603950, Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23.