

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ ДВУМЕРНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ МЕДИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ, И ХАРАКТЕР ЕЕ ИЗМЕНЕНИЯ В ПРОЦЕССЕ ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ

Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, Т.Р. Зетова, Р.В. Шуринов, С.В. Талах, А.В. Дергачева
Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина, Харьков, Украина
E-mail: Evgeny.E.Badiyan@univer.kharkov.ua

Исследованы влияния условий рекристаллизации на структуру поликристаллических образцов меди и тип границ раздела. Экспериментально показано, что в зависимости от величины деформации, предшествующей рекристаллизационному отжигу, все полученные образцы можно условно разделить на три типа – «монокристаллы» с двойниками, пересекающими весь образец; крупнозернистые образцы, содержащие границы общего и специального типов (в том числе и двойниковые); и мелкозернистые образцы, все границы зерен которых общего типа. Внутри зерен таких образцов обнаруживаются специальные границы, в том числе двойниковые и общего типа. Показано, что в процессе пластического деформирования образцов реализуются, в зависимости от типа структуры, различные механизмы релаксации напряженного состояния, в конечном итоге определяющие их механические характеристики.

ВВЕДЕНИЕ

Хорошо известно, что закономерности развития пластической деформации кристаллических тел и в конечном итоге их механические характеристики определяются не только структурной и субструктурной неоднородностью образцов до их деформирования, но и механизмами ее изменения в процессе деформирования. Речь, прежде всего, идет о границах раздела областей образца с различной кристаллографической ориентацией, которые формируются в процессе деформирования. Формирование новых границ может привести к изменению соотношения между трансляционной и ротационной модами пластической деформации и, как следствие этого, к закономерности развития пластической деформации в целом. Возникновение границ деформационного происхождения, являющихся барьером для движущихся дислокаций, может уменьшить величину пластической деформации скольжением. Развороты отдельных областей образца могут привести, с одной стороны, к заметному увеличению пластичности образца [1–3], с другой стороны, вклад в пластичность может привести и изменение кристаллографической ориентации отдельных областей образца, на благоприятную для скольжения.

Многообразие способов изменения субструктурной и ориентационной неоднородностей в процессе пластического деформирования обнаружено при исследовании двумерных поликристаллов алюминия, содержащих в основном границы общего типа [1]. Экспериментально показано, что в двумерных поликристаллах, содержащих только сквозные границы зерен, из-за отсутствия стесненности в направлении, перпендикулярном поверхности образца, любые ориентационные эффекты проявляются наиболее ярко [1].

Медь, как и алюминий, – яркий представитель ГЦК-кристаллов, однако из-за низкого значения энергий дефекта упаковки (70 мДж/м^2 , для алюминия это значение $\approx 135 \text{ мДж/м}^2$) [2] в образцах меди, в отличие от образцов алюминия, практически все-

гда обнаруживаются двойники роста и, следовательно, двойниковые границы, роль которых в процессе деформирования образцов неочевидна. Все это вызывает особый интерес к проведению исследований взаимосвязи структурных, субструктурных и ориентационных изменений и закономерностей пластической деформации в образцах меди.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для приготовления образцов была использована медная фольга (99,97%) толщиной 200 мкм, средний размер зерен в фольге составлял $\approx 0,1 \text{ мм}$. Из фольги вырезались образцы с размерами $70 \times 10 \text{ мм}$. Для получения образцов с различным размером зерна использовался так называемый метод «критических деформаций», который заключался в первичном отжиге образцов при $700 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2 ч, деформировании образца на величину 2...7% и последующем рекристаллизационном отжиге при $\approx 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 5 ч. Перед последним отжигом обе поверхности образца полировались. Отжиги образцов проводились в вакуумной печи. Глубина вакуума составляла $\sim 10^{-2} \text{ Па}$. Границы раздела в образцах выявлялись с помощью спиртового раствора концентрированной азотной кислоты. Время травления 3...10 с. Все образцы деформировались в условиях одноосного растяжения с постоянной скоростью деформирования $2 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре. Для всех образцов *in situ* с периодом 0,02 с в процессе деформирования регистрировались цветные ориентационные карты (ЦОК) [5, 6], позволяющие определить характеристики субструктурной и ориентационной неоднородностей. При необходимости использовалась методика визуализации [7, 8] оттенков цвета на ЦОК, позволяющая выявлять на поверхности образца незначительно разориентированные области. Для части образцов в определенных областях методом Лауэ определялась их кристаллографическая ориентация и проводилась полная атте-

стация границ зерен. Эти области исследований указаны на микрофотографиях.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 1 приведены цветные ориентационные карты от поверхности поликристаллических образцов, полученных методом рекристаллизации.

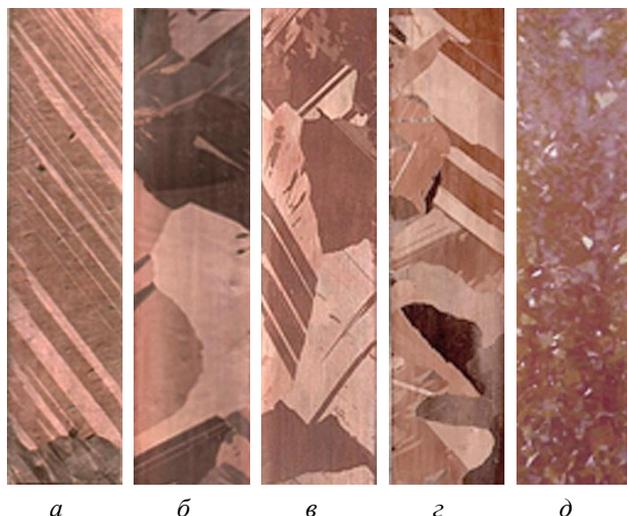


Рис. 1. Микроструктура образцов меди, полученная рекристаллизацией, в зависимости от величины предварительной деформации $\varepsilon, \%$:
а – 4; б, в, г – 6...7; д – 2

Единственным параметром, который менялся при получении такого многообразия структур, была величина предварительной деформации (см. рис. 1). На рис. 2 приведены увеличенные фрагменты этих структур. Все полученные и исследованные образцы можно условно разделить на три типа.

В образцах первого типа содержатся только двойниковые границы (см. рис. 1,а и рис. 2,а), которые пересекают всю поверхность образца. На рис. 1,б–г и рис. 2,б приведено многообразие структуры образцов второго типа. Они содержат двойники, отличающиеся по форме, размерам и ориентации, а также границы зерен специального и общего типа. На рис. 2,б приведен увеличенный фрагмент этой структуры, содержащей границы зерен и двойниковые границы. Проведение аттестации границ раздела по данным рентгенографических исследований показало, что граница 2 является когерентной двойниковой границей ($\Sigma 3, 60^\circ, [111]$), граница 1 – границей зерен общего типа, а граница зерна 3 – близкой к специальной.

Образцы третьего типа (см. рис. 1,д и рис. 2,в) содержат мелкозернистую структуру с границами зерен общего типа. Средний размер таких зерен составляет ≈ 1 мкм. Почти в каждом из зерен (см. рис. 2,в) обнаруживаются двойники, которые обрываются в теле зерна. Следует отметить, что все границы раздела в образцах, структура которых приведена на рис. 1 и 2, являются сквозными.

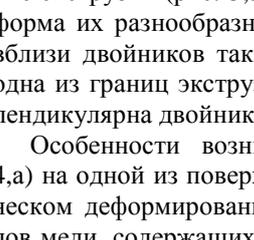
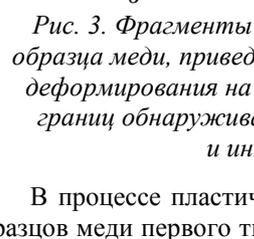
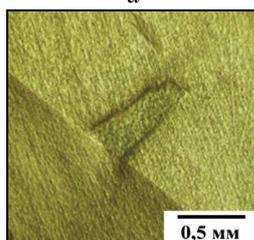
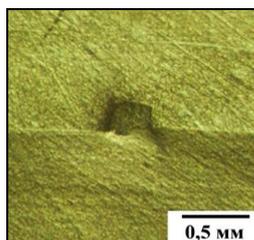
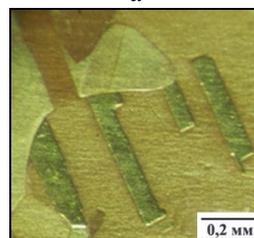
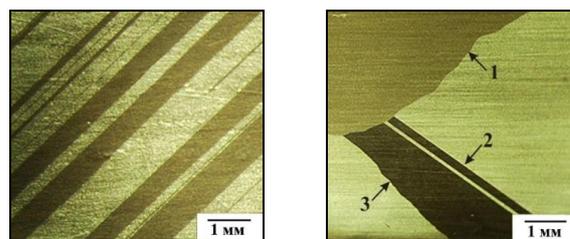


Рис. 2. Увеличенные фрагменты поверхности образцов меди, структуры которых приведены на рис. 1,а, в, д

Рис. 3. Фрагменты структуры поверхности образца меди, приведенной на рис. 1,а, после его деформирования на 12%. Вблизи двойниковых границ обнаруживаются экструзии (а, б, г) и интрузии (в)

В процессе пластического деформирования образцов меди первого типа обнаружено возникновение экструзии (рис. 3,а, б, г) и интрузии (рис. 3,в), форма их разнообразна, но все они локализованы вблизи двойников таким образом, чтобы хотя бы одна из границ экструзии или интрузии была перпендикулярна двойниковой границе.

Особенности возникновения экструзии (рис. 4,а) на одной из поверхностей образца при пластическом деформировании двумерных поликристаллов меди, содержащих только двойниковые границы, заключаются в том, что на противоположной поверхности образца (толщина образца 200 мкм) всегда возникает интрузия (см. рис. 4,в). Полученные интерферограммы с помощью интерферометра МИИ 4М от обеих поверхностей свидетельствуют о наличии экструзии и интрузии. В качестве примера на рис. 4,б приведена интерферограмма от области поверхности образца на границе «тело зерна–экструзия».

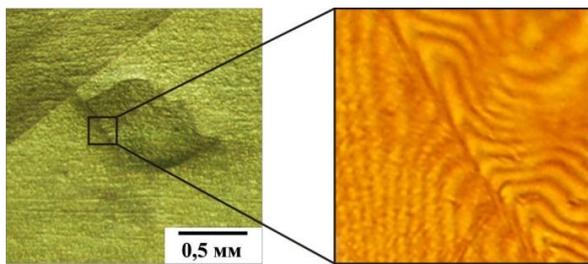


Рис. 4. Увеличенные фрагменты поверхности образца меди, деформированного на 12%, с наличием на одной стороне экструзии (а) и на противоположной стороне – интрузии (в) и интерференционная картина от области на границе тела зерна и экструзии (б)

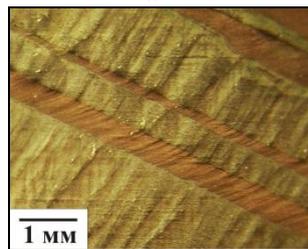
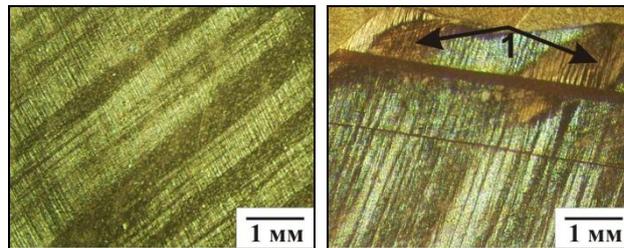
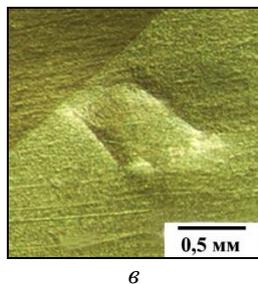


Рис. 5. Фрагменты поверхности образца меди, приведенного на рис. 1,2, после его деформирования на 14 %

Формирование в процессе пластического деформирования экструзий и интрузий, как правило, происходит при усталостных испытаниях образцов и определяется легкостью протекания поперечного скольжения, которое в меди из-за низкой энергии дефекта упаковки всегда затруднено. Место их локализации – устойчивые полосы скольжения [9]. Для объяснения возникновения при пластическом деформировании медных образцов явлений экструзий и интрузий, по-видимому, следует учитывать и скольжение во вторичных системах. Для области возникновения экструзий (интрузий) была определена кристаллографическая ориентация оси растяжения образца, которая оказалась близка к направлению $[\bar{1}12]$. При такой ориентации оси растяжения, наряду с первичной системой скольжения $(\bar{1}11)[011]$, деформация осуществляется и по вторичной, сопряженной системе скольжения $(111)[\bar{1}0\bar{1}]$. Таким образом, возможной причиной возникновения на поверхности образца экструзии и одновременно на противоположной стороне – интрузии, может быть специфическая кристаллографическая ориентация оси растяжения образца, его толщина и наличие сквозной двойниковой границы.

Образцы второго типа обладают крупнозернистой структурой. Большая часть зерен содержит разнообразие по форме, размерам и ориентации двойники. Остальные зерна не содержат двойниковых границ. Пластическая деформация в таких образцах реализуется за счет развития дислокационного скольжения (рис. 5,а) и ротационных эффектов (1) (см. рис. 5,б). В отдельных зернах обнаружено прохождение дислокационного скольжения через двойниковые границы (см. рис. 5,в). Пластическая деформация образцов третьего типа, содержащих границы зерен общего типа, характеризуется образованием ротационной структуры (1) (рис. 6,а) и развитием дислокационного скольжения (см. рис. 6,б). В этих образцах из-за наличия границ зерен общего типа, которые являются препятствием для движущихся дислокаций и интенсивным развитием

Механические характеристики исследуемых образцов

Тип образца	Условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности σ_b , МПа	Максимальная деформация до разрушения ϵ_{max} , %
I	35	100	6
II	30	125	12
III	60	480	21

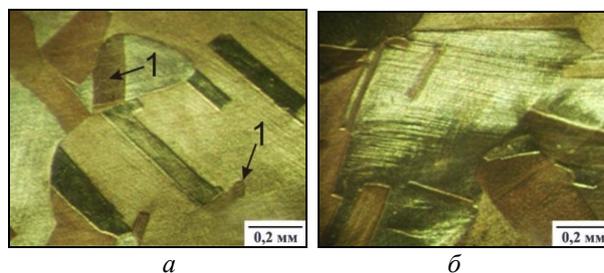


Рис. 6. Различные области поверхности образца меди, приведенного на рис. 1,д, после его деформирования на 10%:
а – возникновение ротаций (1);
б – развитие дислокационного скольжения

ВЫВОДЫ

Экспериментально показано, что изменением условий рекристаллизации медной фольги толщиной 200 мкм можно изменить в образцах не только средний размер зерен, но и тип всех границ раздела, которые являются сквозными. Условно все многообразие структур можно разделить на три типа. Образцы первого типа – «монокристаллы», содержащие только двойниковые границы, пересекающие весь образец. Второй тип образцов – это крупнозернистые образцы ($\bar{d} \approx 10$ мм). Структура таких образцов наиболее многообразна. Она содержит двойники, различающиеся по форме, размерам и ориен-

тации, а также границы зерен общего и специального типа. К третьему типу относятся мелкозернистые образцы ($\bar{d} \approx 1 \text{ мкм}$), все границы которых являются границами общего типа. Практически в каждом зерне таких образцов обнаруживаются двойники. Такое многообразие структуры в двумерных поликристаллах меди приводит к различным способам релаксации напряженного состояния при пластическом деформировании и, в конечном итоге, к изменению механических характеристик образцов. Так, в образцах меди первого типа в процессе их пластического деформирования при комнатных температурах вблизи двойниковых границ возникают экструзии и интрузии – способы релаксации напряженного состояния, не свойственные меди. В образцах второго типа обнаружены ротационные изменения и эффект прозрачности двойниковых границ для скольжения дислокаций. В образцах третьего типа в пределах каждого из зерен обнаруживается интенсивное дислокационное скольжение. Пластичность таких образцов возрастает одновременно с увеличением предела прочности.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов. Ориентационные изменения и развитие трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия // *МФИНТ*. 2008, т. 30, №3, с. 361-371.
2. В.В. Рыбин. *Большие пластические деформации и разрушение металлов*. М.: «Металлургия», 1986, 224 с.
3. В.В. Рыбин. Закономерности формирования мезоструктур в ходе развитой пластической деформации // *Вопросы материаловедения*. 2002, №1(29), с. 11-33
4. И.И. Новиков. *Дефекты кристаллического строения металлов*. М.: «Металлургия», 1983, 232 с.
5. Е.Е. Badiyan, A.G. Tonkoprjad, O.V. Shehovtsov, R.V. Shurinov, T.R. Zetova. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum // *Inorganic Materials*. 2011, N 15, p. 1663-1666.
6. Патент 93021 Україна. *Спосіб визначення кристаллографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка* / Є.Ю. Бадіян та інші. 2010, Бюл. №24.
7. Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов, Т.Р. Зетова, Е.С. Казачкова. Визуализация субструктурной и ориентационной неоднородности в отдельных зернах поликристаллических образцов // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2014, т. 80, №8, с. 37-40.
8. Патент 104249 Україна. *Спосіб візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні монокристала або окремих зерен полікристала* / Є.Ю. Бадіян та інші. 2014, Бюл. №1.
9. В.Е. Панин, Н.С. Сурикова, Т.Ф. Елсукова, В.Е. Егорушкин, Ю.И. Почивалов. Наноструктурированные фазовые границы в алюминии при циклической интенсивной пластической деформации // *Физическая мезомеханика*. 2009, т. 12, №6, с. 5-15.

Статья поступила в редакцию 11.12.2015 г.

ОСОБЛИВОСТІ СТРУКТУРИ ДВОВИМІРНИХ ПОЛІКРИСТАЛІВ МІДІ, ЩО ОТРИМАНІ МЕТОДОМ РЕКРИСТАЛІЗАЦІЇ, І ХАРАКТЕР ЇЇ ЗМІНИ В ПРОЦЕСІ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ

Є.Ю. Бадіян, А.Г. Тонкопряд, Т.Р. Зетова, Р.В. Шуринов, С.В. Талах, Г.В. Дергачова

Досліджено вплив умов рекристалізації на структуру полікристалічних зразків міді та тип меж зерен. Експериментально показано, що залежно від величини деформації, яка передуює рекристалізаційному відпаду, усі отримані зразки можна умовно розділити на три типи – «монокристали» з двійниками, що перетинають увесь зразок; крупнокристалічні зразки, що містять межі загального і спеціального типів (у тому числі двійникові), і дрібнозернисті зразки, усі межі зерен яких загального типу. Всередині зерен таких зразків виявляються спеціальні межі, у тому числі двійникові та загального типів. Показано, що в процесі пластичної деформації зразків реалізуються, залежно від типу структури, різні механізми релаксації напруженого стану, які визначають зрештою, їх механічні характеристики.

FEATURES OF STRUCTURE OF COPPER TWO-DIMENSIONAL POLYCRYSTALS OBTAINED BY RECRYSTALLIZATION METHOD AND NATURE OF ITS CHANGES IN PROCESS OF PLASTIC DEFORMATION

E.E. Badiyan, A.G. Tonkoprjad, T.R. Zetova, R.V. Shurinov, S.V. Talakh, A.V. Dergacheva

Influence of conditions of recrystallization on the structure of polycrystalline samples of copper and type of boundaries is investigated. It is experimentally shown that depending on the degree of deformation preceding recrystallization annealing, all the samples may be divided conditionally into three types – “monocrystals” with the twins crossing all over the sample; coarse-grained samples containing boundaries of the general type and special type (including twinning); fine-grained samples – of the general type. In the grains of such samples special boundaries including twinning and boundaries of the general type are found. It is shown that during plastic deformation of samples various mechanisms of tension relaxation are realized depending on the type of structure and, finally, determine their mechanical characteristics.