

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.12:538.91:539.89

СТРУКТУРА ЖЕЛЕЗА, ДЕФОРМИРОВАННОГО КРУЧЕНИЕМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ ПРИ 250°C

© 2019 г. М. В. Дегтярев^{a, b}, В. П. Пилюгин^{a, b}, Т. И. Чашухина^{a, b}, Л. М. Воронова^{a, *}

^aИнститут физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

^bФГАОУ ВО Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,
ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия

*e-mail: highpress@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 21.06.2019 г.

После доработки 16.07.2019 г.

Принята к публикации 18.07.2019 г.

Методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии исследована эволюция структуры железа (99.97%) в ходе деформации кручением под давлением при 250°C. Методами EBSD-анализа оценены размеры рекристаллизованных зерен, их ориентировка, спектр углов разориентировки границ зерен, доля рекристаллизованной структуры. Установлено, что в железе при деформации кручением под давлением при 250°C по достижении истинной деформации $e = 2.4$ начинается динамическая рекристаллизация. На установившейся стадии деформации формируется структура со средним размером зерна 0.5 мкм, в которой отсутствует какая-либо преимущественная ориентировка зерен.

Ключевые слова: железо, кручение под давлением, динамическая рекристаллизация, структура, твердость, текстура

DOI: 10.1134/S0015323019120040

ВВЕДЕНИЕ

На протяжении нескольких десятилетий не ослабевает интерес исследователей к измельчению структуры различных материалов вплоть до наномасштабного уровня посредством большой пластической деформации [1–3]. Основным методом такой деформации является кручение под высоким давлением (КВД) в наковальнях Бриджмена. В последние годы разработаны новые методы деформационного получения nano-структурированных материалов, основанные как на усовершенствовании конструкции установки Бриджмена [4] и применении комплексной деформации разными методами [2], так и на варьировании условий деформации (давление, температура, скорость) [5–10]. Часто для одновременного учета температуры и скорости деформации используют параметр Зинера–Холломона [5, 6, 8, 9, 11–13].

В материалах с низкой температурой плавления, таких как медь и алюминий, в условиях большой деформации КВД при комнатной температуре протекает динамическая рекристаллизация (ДР) [7, 9, 10, 14–16]. В этом случае невозможно подавить последующие статические процессы роста зерна (постдинамическую рекристаллизацию – ПДР), изменяющие структуру и затрудняющие установление закономерностей ДР [7–9, 13–15]. В

последнее время особый интерес вызывает деформация в наковальнях Бриджмена с одновременным нагревом, приводящая к ДР более тугоплавких материалов, таких как никель и железо [5, 6, 10, 17]. Быстрое охлаждение позволяет сохранить структуру, созданную при деформации.

Целью настоящей работы было исследование развития ДР в чистом однофазном железе в ходе деформации КВД при температуре 250°C.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследовали чистое железо (99.97% Fe), полученное зонной очисткой за 5 проходов. Деформацию при температуре 250°C проводили в наковальнях Бриджмена без боковой поддержки под давлением 6 ГПа. Скорость вращения наковальни составляла 1 об./мин. Угол поворота наковальни изменяли от 0° (осадка) до 5 полных оборотов. Образцы до деформации имели форму диска диаметром 5 мм и толщиной 0.3 мм. Блок наковальен с помещенным между ними образцом нагревали с помощью специальной печи сопротивления после установки на пресс. Температуру измеряли термомпарой, присоединенной к неподвижной наковальне. Деформирование осуществляли по дости-

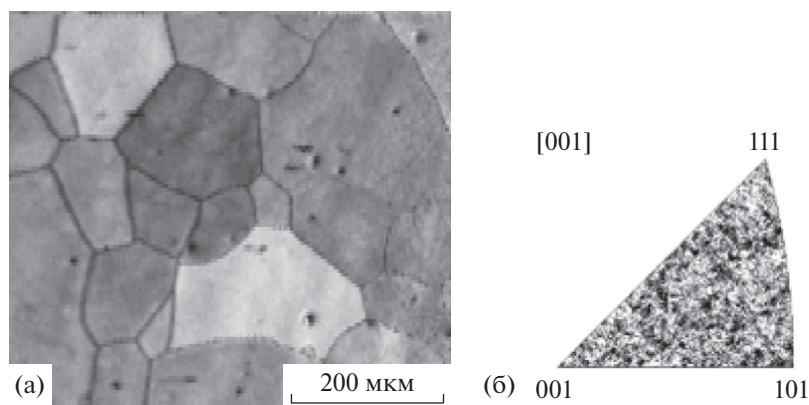


Рис. 1. Микроструктура железа до деформации (а) и соответствующая исходному состоянию ОПФ (б).

жении заданной температуры. Время от окончания деформации до извлечения образца на воздух составляло не более 100 с. Для статической рекристаллизации железа, деформированного КВД при комнатной температуре, требуется отжиг при 250°C, 4 ч [18], поэтому за вышеуказанное время охлаждения не будет заметного развития ПДР.

Истинную деформацию ϵ рассчитывали с учетом угла поворота наковальни, расстояния от центра образца и его осадки, которая в свою очередь зависела от угла поворота наковальни и радиуса образца [9]. Истинная деформация ϵ на расстоянии 1.0–1.5 мм от центра образца изменялась от 0.9 после осадки до 9.3 после 5 оборотов наковальни.

Структуру железа после деформации на фиксированном расстоянии от центра образца (1.5 ± 0.2 мм) исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на приборе JEM 200СХ. Размеры элементов структуры (дислокационных ячеек, микрокристаллитов и зерен размером 5 мкм и менее) определяли на светлоскопических и темнопольных изображениях по результатам более четырехсот измерений, что обеспечивало погрешность менее 10%. По результатам электронно-микроскопических исследований строили гистограммы распределения элементов структуры по размерам, определяли средний (d_{cp}) и максимальный (d_{max}) размеры, среднеквадратичное отклонение (σ) и коэффициент вариации ($K = \sigma/d_{cp}$) линейных размеров. Размеры рекристаллизованных зерен, их ориентировку и спектр углов разориентировки границ зерен оценивали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) QUANTA_200 Philips, оборудованного аналитической приставкой EDAX/TSL для анализа дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD). EBSD-анализ проводили при ускоряющем напряжении 20 кВ и угле наклона образца 70°, шаг сканирования изменяли от 0.1 до 0.5 мкм в зависимости от размера элементов структуры. Перед EBSD

исследованием образцы подвергались шлифовке и электролитической полировке. Из рассмотрения были исключены точки с индексом конфиденциальности (CI) ниже 0.1 и зерна, содержащие 4 и менее пикселей. Увеличение при съемке выбирали таким образом, чтобы анализируемая область включала не менее 200 зерен. EBSD исследование проводили на расстоянии 1.0–1.5 мм от центра образца. Средний размер зерна оценивали по методу секущих. При анализе разориентировки зерен не рассматривали границы с углом разориентировки менее 2°, и относили границы с углом разориентировки >15° к большеугловым (БУГ) [19].

Твердость измеряли по методу Виккерса при комнатной температуре по радиусу образцов с шагом 0.25 мм на приборе ПМТ-3 при нагрузке 0.5 Н. Для построения зависимости твердости от истинной деформации значения, полученные на разных образцах, усредняли по интервалам $\Delta\epsilon = 0.4$.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исходная микроструктура железа приведена на рис. 1. Средний размер зерна в исходном состоянии составлял 200 мкм. Материал представлял собой ансамбль хаотически ориентированных зерен – средний угол разориентировки равен 39°, по обратной полюсной фигуре (ОПФ), полученной методом EBSD, видно, что в исходном состоянии текстура отсутствует.

Деформация при 250°C осадкой ($\epsilon = 0.9$) и кручением с углом поворота 15° ($\epsilon = 1.7$) приводит к формированию ячеистой дислокационной структуры (рис. 2а). Кроме того, наблюдаются локально разориентированные области размером около 1 мкм, т.е. они существенно меньше исходного зерна (рис. 2б), при этом локальная разориентировка соседних областей не превышает 8° (нижняя выноска на рис. 2в, зависимость 2). В то же время в пределах исходного зерна происходит по-

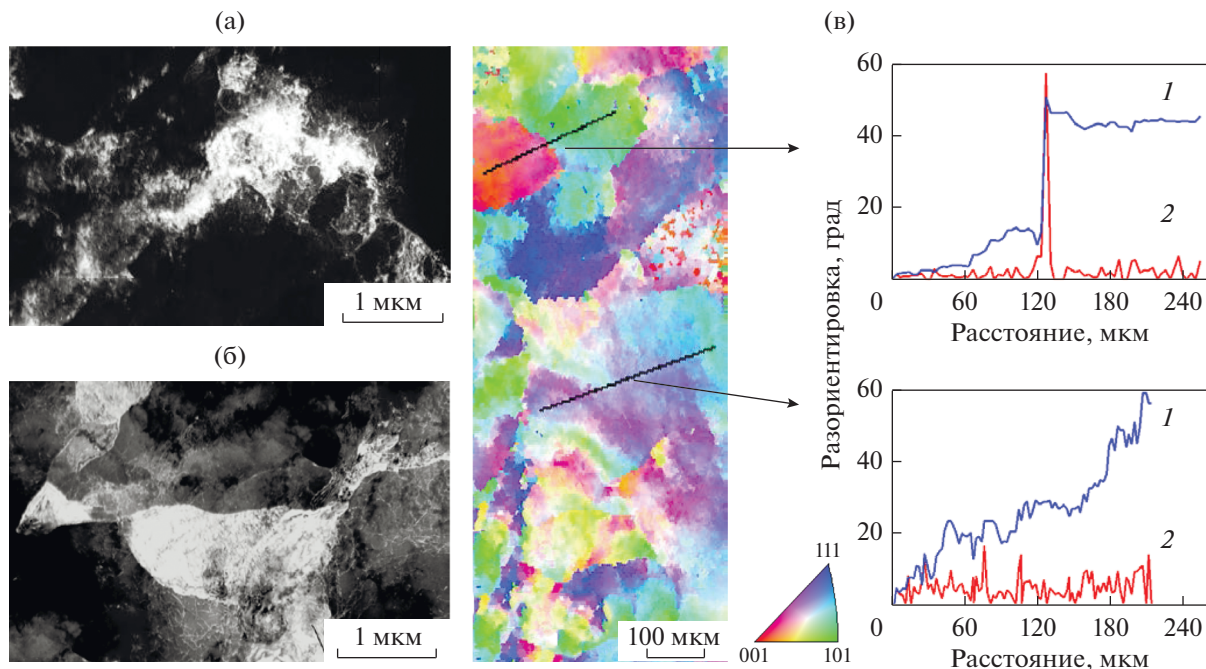


Рис. 2. Микроструктура железа, деформированного при 250°C осадкой (а, б) и с углом поворота наковальни 15° (в). а, б – темнопольное изображение в рефлексе типа (110)_α, (ПЭМ); в – ориентационная карта в цветах обратной полюсной фигуры (СЭМ). На выносках приведено изменение разориентировки вдоль линий сканирования, 1 – относительно исходной точки, 2 – между соседними точками.

степенное увеличение разориентировки относительно исходной точки сканирования (нижняя выноска на рис. 2в, зависимость 1), что характерно для слабо разориентированной ячеистой структуры. Границы исходных зерен сохраняются, на таких границах ориентировка меняется скачком на десятки градусов (верхняя выноска на рис. 2в). После деформации с $e = 2.4$ (угол поворота наковальни 45°) структуру можно отнести к двум типам. Во-первых, сохраняется сравнительно слабо разориентированная структура с постепенным накоплением разориентировки (нижняя часть на рис. 3а и соответствующая выноска).

Во-вторых, наблюдается дисперсная структура с высокоугловыми границами соседних зерен, разориентировка на которых достигает 60°. Для такой структуры не характерно накопление разориентировки внутри зерна (верхняя часть на рис. 3а и соответствующая выноска). Исследование методом ПЭМ показало наличие упруго искаженных зерен, границы которых характеризуются как резким, так и постепенным изменением контраста (рис. 3б, 3в). Электронограмма приобретает кольцевой вид. На фоне рефлексов размытых в азимутальном направлении присутствует несколько близко расположенных точечных рефлексов. Отмеченные особенности структуры второго типа позволяют заключить, что она образовалась в результате ДР.

С увеличением деформации в интервале 4.6–9.3 (угол поворота наковальни от 90° до 5 оборотов) структура, наблюдаемая методом ПЭМ, остается сильно неоднородной, характерной для ДР (рис. 4). Наряду с зернами относительно правильной формы с низкой плотностью дефектов присутствуют зерна с высокой и неравномерно распределенной плотностью дислокаций. На многих границах видны мелкие зародыши рекристаллизации. Дислокационная ячеистая структура не обнаруживается. Электронограммы кольцевые, образованы точечными рефлексами (рис. 4в).

Однако результаты СЭМ показывают, что в интервале деформации 4.6–6.0 происходит изменение доли малоугловых границ (МУГ) и БУГ (рис. 5, 6). После деформации $e = 4.6$ значительную долю составляют МУГ (рис. 5а), а после $e = 6.0$ – преобладают БУГ (рис. 5б). Вследствие этого средний угол разориентировки увеличивается с 26° до 39° соответственно, и при дальнейшей деформации не изменяется (рис. 6).

Метод EBSD позволяет проанализировать градиент внутризеренной ориентировки (разброс ориентировки в пределах зерна – GOS). Согласно этой методике, зерна, имеющие GOS менее 2°–2.5°, можно считать рекристаллизованными (не содержащими субструктуры) [19, 20]. Данные о доле рекристаллизованных зерен, полученные на основании анализа GOS, приведены на рис. 6. Видно, что доля рекристаллизованных зерен растет с

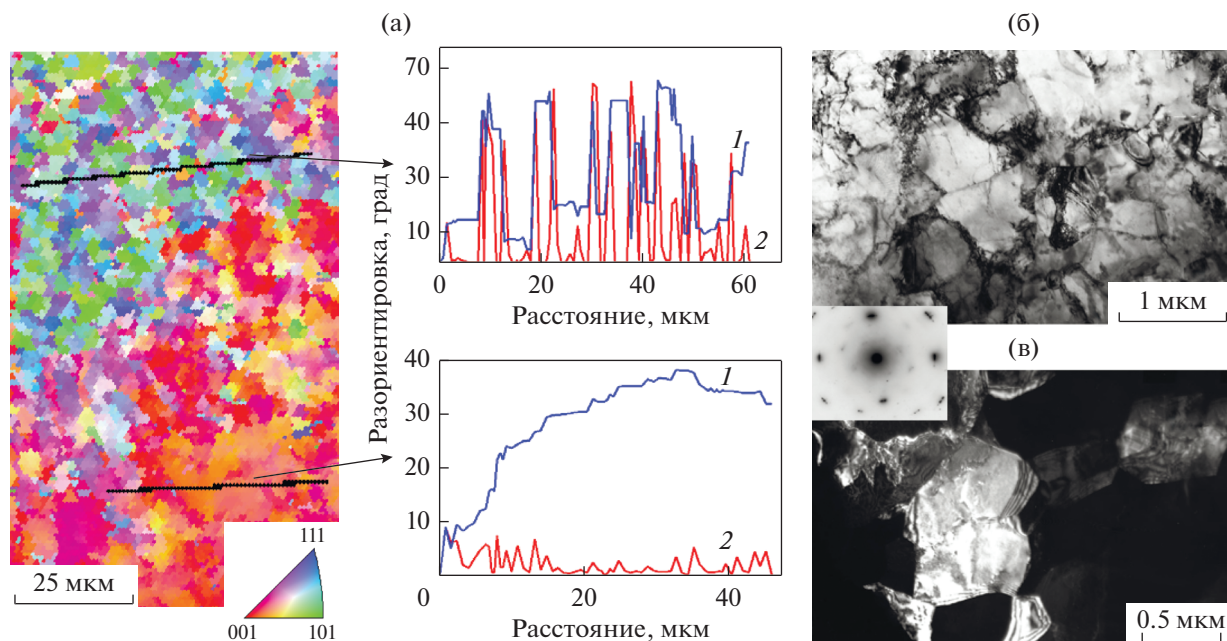


Рис. 3. Микроструктура железа, деформированного при 250°C с углом поворота наковальни 45°: а – ориентационная карта в цветах обратной полюсной фигуры (СЭМ), на выносках приведено изменение разориентировки вдоль линий сканирования, 1 – относительно исходной точки, 2 – между соседними точками; б – светлопольное изображение, в – темнопольное изображение в рефлексе типа $(110)_\alpha$ (ПЭМ).

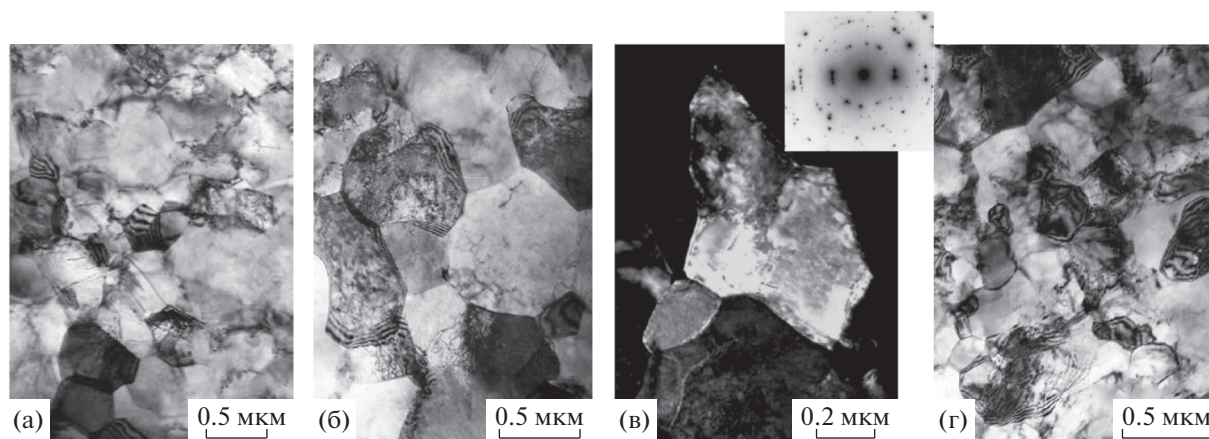


Рис. 4. Тонкая структура железа, деформированного при 250°C с углом поворота наковальни: а – 90° ($e = 4.6$), б – 180° ($e = 6.0$), в – 1 оборот ($e = 6.6$), г – 5 оборотов ($e = 9.3$), в – темнопольное изображение в рефлексе типа $(110)_\alpha$.

увеличением деформации, достигая максимума при $e = 4.6$ – 6.6 , а затем снижается. В исследованном железе после $e = 1.7$ разброс ориентировки в пределах зерна может достигать 15° и может быть одинаковым в группе соседних исходных зерен. После $e = 2.4$ остается заметная доля не рекристаллизованной структуры, GOS в которой достигает 10°. Доля рекристаллизованных зерен после такой деформации составляет около 30%. При повышении деформации до $e = 4.6$ структура состоит из рекристаллизованных зерен и субзерен

микронного размера. В некоторых зернах GOS достигает 5°–7°, что связано с накоплением дефектов в рекристаллизованных зернах при продолжении горячей деформации. При дальнейшей деформации доля зерен с градиентом ориентировки более 2.5° уменьшается до 2–5%, и по достижении $e = 9.3$ все разрешаемые методом EBSD зерна имеют градиент ориентировки менее 2.5°. Доля рекристаллизованной структуры на рис. 6 в последнем случае соответствует доле структуры, разрешаемой методом EBSD.

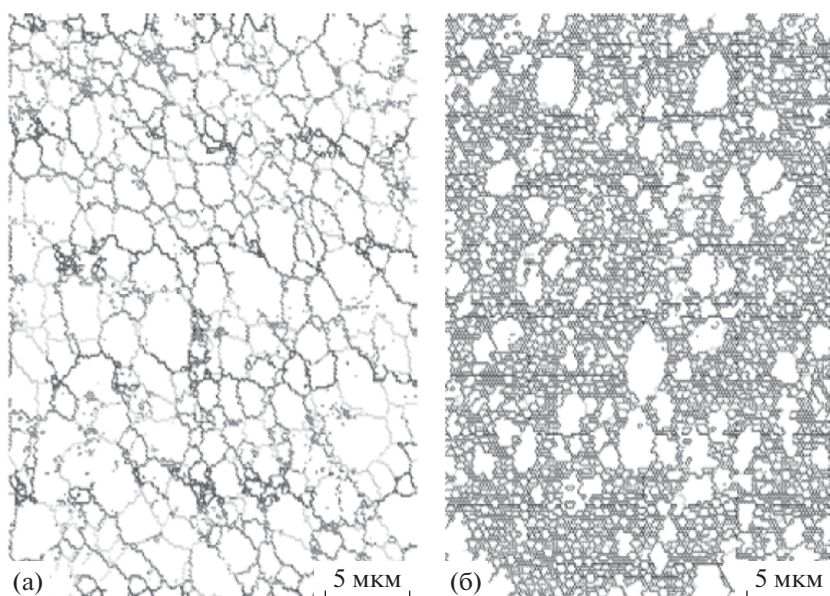


Рис. 5. Схема границ в железе, деформированном при 250°C с углом поворота наковальни 90° (а) и 180° (б). Черные линии – БУГ, светло-серые линии – МУГ. EBSD-анализ.

Метод ПЭМ показывает присутствие в структуре большого количества “свежих” зародышей рекристаллизации субмикронного размера (рис. 4г), которые не были обнаружены методами СЭМ. Существенное уменьшение доли относительно крупных (1–2 мкм) зерен при увеличении деформации от $e = 6.6$ до $e = 9.3$ наглядно иллюстрирует рис. 7. По-видимому, происходит переход к новому циклу рекристаллизации, приводящий к некоторому измельчению зерна и небольшому росту твердости (рис. 8).

Сравнение изменения твердости железа при различной температуре деформации показывает,

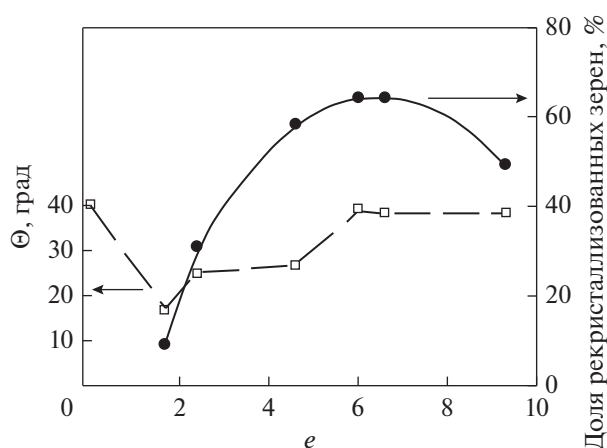


Рис. 6. Изменение среднего угла разориентировки границ зерен (□) и доли рекристаллизованных зерен (●) при горячей деформации железа

что на начальной стадии горячая деформация приводит к более сильному упрочнению, но при дальнейшем деформировании твердость повышается очень слабо (рис. 8).

При горячей деформации ускоряется образование разориентированной структуры, и в дальнейшем твердость выходит на установившуюся стадию [13]. На рис. 8 видно, что твердость железа, деформированного при 250°C, коррелирует со средним размером элементов структуры, полу-

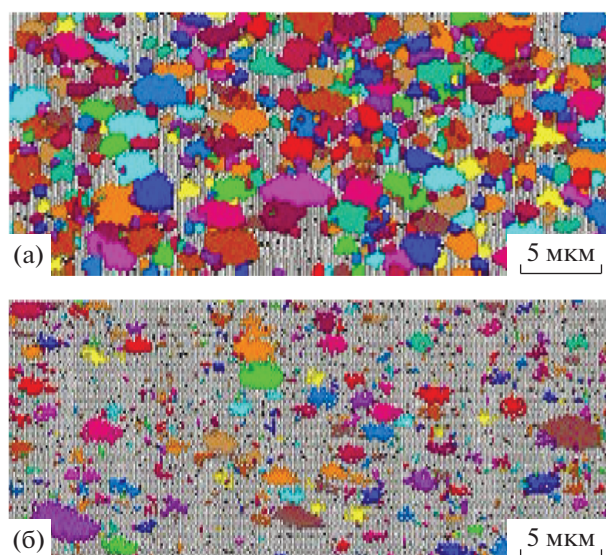


Рис. 7. Схема зеренной структуры в железе, деформированном при 250°C на 1 (а) и 5 оборотов (б) наковальни ($e = 6.6$ и $e = 9.3$ соответственно). EBSD-анализ.

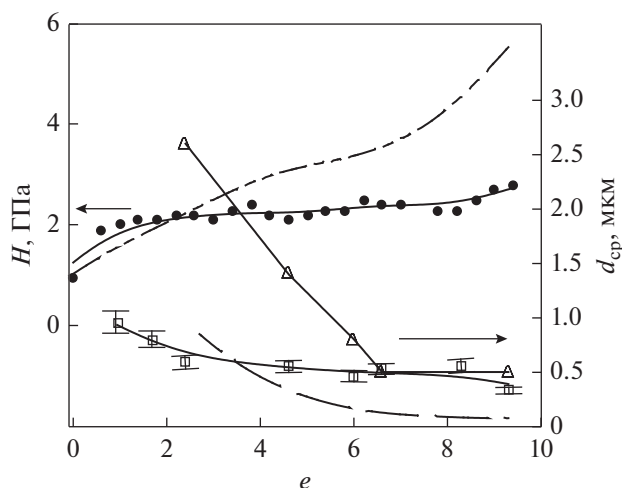


Рис. 8. Изменение твердости железа, деформированного при 250°C (●) и 20°C (штрихпунктирная линия [21]), и изменение при этом среднего размера элементов структуры: □, △ – при 250°C по данным ПЭМ и СЭМ соответственно, штриховая линия – при 20°C [21].

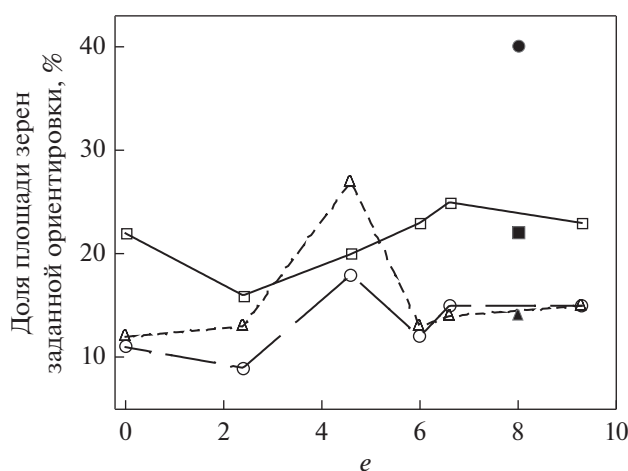


Рис. 9. Изменение доли площади, занятой зернами с определенной ориентировкой, в ходе деформации железа при 250°C (прозрачные значки). Для сравнения приведены данные, полученные после деформации при 20°C и отжига при 350°C, 1ч [22] (заполненные значки). Ориентировки: ○, ● – {110}, □, ■, – {321}, △, ▲ – {201}.

ченным по данным ПЭМ. СЭМ дает информацию о более крупных элементах структуры, таких как блоки слабо-разориентированных дислокационных ячеек или субзерен (рис. 3а, 5а) после относительно малой деформации и крупные рекристаллизованные зерна (рис. 5б, 7) после большей деформации. С увеличением деформации различия в размерах, полученных разными методами, уменьшаются, и после $e > 6$ размеры практически совпадают (рис. 8), средний размер зерна

составляет 0.4–0.5 мкм. Возможно, это связано с достижением установившейся стадии ДР.

В работе [22] было показано, что при отжиге железа с субмикроструктурной структурой, полученной при 20°C методом КВД на 5 оборотов ($e = 8$), формируется аксиальная текстура рекристаллизации типа {110}. Например, после отжига при 350°C в течение 1 ч доля площади, занятой зернами, в которых плоскости {110} были параллельны поверхности образца, составляла 40% (рис. 9). При горячей деформации, проведенной в настоящей работе, происходит немонокотное изменение доли площади, занятой зернами трех ориентировок {110}, {321}, {201}, преобладающих в структуре исследованного железа. Максимальная доля площади зерен какой-либо ориентировки не превышает 25%. После $e > 6$ соотношение площадей, занятой зернами разной ориентировки, практически соответствует исходному бестекстурному состоянию (рис. 9).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В железе 99.97% при деформации кручением под давлением при 250°C по достижении истинной деформации $e = 2.4$ начинается динамическая рекристаллизация. Методами СЭМ и ПЭМ установлено, что формируется структура со средним размером зерна 0.4–0.5 мкм. По результатам анализа разброса ориентировки в пределах зерна оценена доля рекристаллизованной структуры, которая достигает максимального значения 60% при $4.6 < e < 6.6$. С увеличением деформации доля рекристаллизованной структуры снижается. При этом наблюдается измельчение зерна и небольшое повышение твердости. В совокупности данные факты свидетельствуют о циклическом характере динамической рекристаллизации.

При динамической рекристаллизации железа, исследованной в настоящей работе, формирования какой-либо преимущественной ориентировки зерен не наблюдается, в отличие от статической рекристаллизации железа, деформированного при комнатной температуре в том же интервале истинной деформации.

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме “Давление” Г.р. № АААА-А18-118020190104-3. ПЭМ и СЭМ исследования выполнены в ЦКП “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” ИФМ УрО РАН. Авторы благодарят Н.В. Николаеву за помощь в проведении EBSD-исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Давыдова Л.С., Сазонова В.А. Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пла-

- стических деформациях // ФММ. 1986. Т. 61. № 6. С. 1170–1177.
2. *Estrin Y., Vinogradov A.* Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // *Acta Mater.* 2013. V. 61. P. 782–817.
 3. *Калетина Ю.В., Грешинова Е.Д., Калетин А.Ю., Фролова Н.Ю., Пилюгин В.П.* Структура и свойства сплава $\text{Ni}_{47}\text{Mn}_{42}\text{In}_{11}$ после интенсивной пластической деформации // ФММ. 2019. Т. 120. № 2. С. 183–189.
 4. *Hohenwarter A.* Incremental high pressure torsion as a novel severe plastic deformation process: Processing features and application to copper // *Mater. Sci. Eng. A.* 2015. V. 626. P. 80–85.
 5. *Vorhauer A., Pippan R.* On the Onset of a Steady State in Body-Centered Cubic Iron during Severe Plastic Deformation at Low Homologous Temperatures // *Metal. Mater. Trans. A.* 2008. V. 39. P. 417–429.
 6. *Ghosh P., Renk O., Pippan R.* Microtexture analysis of restoration mechanisms during high pressure torsion of pure nickel // *Mater. Sci. Eng. A.* 2017. V. 684. P. 101–109.
 7. *Корзникова Е.А.* Калориметрические исследования меди подвергнутой деформации кручением на наковальнях Бриджмена // Письма о материалах. 2012. Т. 2. С. 67–70.
 8. *Чашухина Т.И., Дегтярев М.В., Воронова Л.М.* Влияния давления на эволюцию структуры меди при большой пластической деформации // ФММ. 2010. Т. 109. № 2. С. 216–224.
 9. *Чашухина Т.И., Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Покрышкина Д.К.* Деформация и динамическая рекристаллизация в меди при разной скорости деформирования в наковальнях Бриджмена // ФММ. 2011. Т. 111. № 3. С. 315–324.
 10. *Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Чашухина Т.И., Пилюгин В.П., Реснина Н.Н.* Эволюция структуры никеля в ходе деформации сдвигом под высоким давлением при 150°C // ФММ. 2017. Т. 118. № 3. С. 270–277.
 11. *Li Y.S., Zhang Y., Tao N.R., Lu K.* Effect of the Zener–Hollomon parameter on the microstructures and mechanical properties of Cu subjected to plastic deformation // *Acta Mater.* 2009. V. 57. P. 761–772.
 12. *Brown T.L., Saldana C., Murthy T.G., Mann J.B., Guo Y., Allard L.F., King A.H., Compton W.D., Trumble K.P., Chandrasekar S.* A study of the interactive effects of strain, strain rate and temperature in severe plastic deformation of copper // *Acta Mater.* 2009. V. 57. P. 5491–5500.
 13. *Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М.* Рекристаллизация металлов и сплавов. 3-е изд. М.: МИСИС, 2005. 432 с.
 14. *Edalati K., Horita Z., Furuta T., Kuramoto S.* Dynamic recrystallization and recovery during high-pressure torsion: Experimental evidence by torque measurement using ring specimens // *Mater. Sci. Eng. A.* 2013. V. 559. P. 506–509.
 15. *Al-Fadhalah K.J., Alhajeri S.N., Almazrouee A.I., Langdon T.G.* Microstructure and microtexture in pure copper processed by high-pressure torsion // *J. Mater. Sci.* 2013. V. 48. P. 4563–4572.
 16. *Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J.J.* Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions // *Progress in Mater. Sci.* 2014. V. 60. P. 130–207.
 17. *Ning Jiang-li, Courtois-Manara E., Kurmanaeva L., Ganeev A.V., Valiev R.Z., Kübel Ch., Ivanisenko Yu.* Tensile properties and work hardening behaviors of ultrafine grained carbon steel and pure iron processed by warm high pressure torsion // *Mater. Sci. Eng. A.* 2013. V. 581. P. 8–15.
 18. *Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чашухина Т.И.* Рекристаллизация ультрадисперсной структуры чистого железа, сформированной на разных стадиях деформационного наклепа // ФММ. 2007. Т. 104. № 3. С. 275–286.
 19. *Даниленко В.Н., Миронов С.Ю., Беляков А.Н., Жилиев А.П.* Применение EBSD анализа в физическом материаловедении (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 2. С. 28–46.
 20. *Bernardi H.H., Sandim H.R.Z., Zilnyk K.D., Verlinden B., Raabe D.* Microstructural Stability of a Niobium Single Crystal Deformed by Equal Channel Angular Pressing // *Mater. Research.* 2017. V. 20. № 5. P. 1238–1247.
 21. *Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Чашухина Т.И., Выходец В.Б., Давыдова Л.С., Куренных Т.Е., Пацелов А.М., Пилюгин В.П.* Образование и эволюция субмикроструктурной структуры в чистом железе при сдвиге под давлением // ФММ. 2003. Т. 96. № 6. С. 100–108.
 22. *Voronova L.M., Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I., Shinyavskii D.V., Gapontseva T.M.* Effect of microcrystallites formed by deformation on the growth and orientation of grains during recrystallization of iron // *Letters Mater.* 2017. V. 7. № 4. P. 359–362.