
**СТРУКТУРА,
ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ**

УДК 669.1'782:620.186.5

**ФОРМИРОВАНИЕ РЕЛЬЕФА НА СВОБОДНОЙ ПОВЕРХНОСТИ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ
ПРИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННОМ ОТЖИГЕ**

© 2019 г. В. В. Губернаторов^а, Т. С. Сычева^{а, *}, В. П. Пилюгин^а

^аИнститут физики металлов УрО РАН, 620990 Россия, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18

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

Поступила в редакцию 15.05.2018 г.

После доработки 06.08.2018 г.

Предложен механизм формирования сложного рельефа, впервые обнаруженного на поверхности рекристаллизованного вольфрама в работах Беляевой А.И. с соавторами. Его суть состоит в деформации границ и приграничных объемов кристаллитов (зерен) в приповерхностном слое поликристаллического металла при охлаждении после выдержки при высокой температуре, которая обусловлена разницей пределов прочности и коэффициентов теплового расширения границ и тела зерен. При охлаждении металла из-за разницы в сокращении размеров границ и тела зерен в приповерхностном слое возникают трещины (канавки) на границах, по берегам которых образуются одинаковые гребни. Изгиб границы делает профиль канавок асимметричным и создает перед гребнями неглубокие складки. Поверхностный рельеф ухудшает эксплуатационные свойства металлов, но его образование можно предотвратить, если в результате рекристаллизации изделие становится монокристаллическим.

Ключевые слова: металлические поликристаллы, деформация, рекристаллизация, поверхностный рельеф, свойства границ и тела кристаллитов

DOI: 10.1134/S0015323019020049

ВВЕДЕНИЕ

Давно известно [1–5], что в рекристаллизованном поликристаллическом металле в местах пересечения границ кристаллитов (зерен) с его свободной поверхностью имеются канавки ν -образного профиля. Их образование связывают исключительно с термическим испарением (травлением) металла, облегченным повышенной энергией границ. Считают, что профиль термических канавок симметричный (если границы перпендикулярны поверхности металла и нет большого различия в травимости кристаллографических плоскостей смежных зерен), угол раскрытия канавки задается соотношением энергии границы и поверхностной энергии кристаллографических плоскостей соседних зерен.

Недавно [6] при детальном изучении поверхности рекристаллизованного вольфрама с помощью атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии (АСМ и СЭМ) впервые обнаружены канавки сложного профиля: по обе стороны от значительного углубления на границе зерна наблюдаются гребни. Причем профили прямолинейных границ симметричны (высота гребней одинакова), изогнутых — асимметричны (высота

гребней разная), и около каждой выпуклости границы перед гребнем присутствуют неглубокие канавки — так называемые “духи” (остатки термических канавок на месте прежнего расположения границы), рис. 1а. При этом авторы констатируют, что основной вклад в формирование сложного профиля термических канавок вносят особенности движения границ в процессе рекристаллизации, “духи” присутствуют только возле новообразовавшихся границ зерен.

Однако авторы, связывая образование рельефа с движением границ зерен, не учитывают некоторые экспериментальные факты. Так, на рис. 1а гребень выше перед движущейся границей (при собирательной рекристаллизации границы зерен всегда мигрируют к центру своей кривизны [3]), а на рис. 1б наоборот — гребень больших размеров возникает за движущейся границей, а перед ней гребень очень маленький или его совсем нет. Кроме того, “духи” наблюдаются и при отсутствии новообразовавшихся границ зерен (на рис. 1б видны складки позади движущейся границы, а новых границ поблизости нет). Эти факты дают основание полагать, что движение границ в процессе рекристаллизации (вернее, при

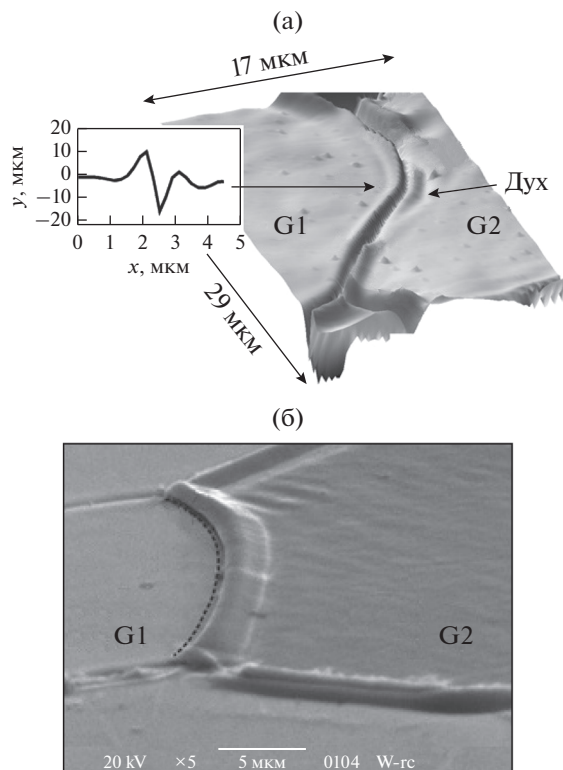


Рис. 1. Рельеф на поверхности рекристаллизованного вольфрама ((а) СЭМ, (б) АСМ микроскопия): G1 и G2 — зерна; движение границ зерен справа налево [6].

нагреве и выдержке металла при заданной температуре отжига) не имеет решающего значения при формировании рельефа.

Задача данной работы — выяснить причину и механизм образования рельефа при рекристаллизационном отжиге. Ее решение имеет не только научное, но и практическое значение. Например, позволит ответить на вопрос о предотвращении образования сложного рельефа (шероховатости) на поверхности металлов при отжиге. Интерес к шероховатости поверхности обусловлен тем, что она влияет на многие свойства металлов, в частности ухудшает оптические характеристики металлических зеркал и препятствует движению границ магнитных доменов при перемагничивании, что снижает уровень магнитных свойств магнитомягких материалов.

Анализ экспериментальных данных, изложенных в [6], показал, что вероятность образования сложного рельефа на поверхности металла движущимися границами во время выдержки при высокой температуре невелика. Остается единственное — такой рельеф может сформироваться только при охлаждении металла. В настоящей работе предпринята попытка рассмотреть процес-

сы, происходящие в приповерхностном слое поликристаллического металла, при охлаждении. При этом было принято во внимание различие некоторых свойств границ и тела зерен. Так, при низких температурах предел прочности ($\sigma_{\text{п}}$) границ больше, чем $\sigma_{\text{п}}$ тела зерен ($\sigma_{\text{пг}} > \sigma_{\text{пз}}$), а при высоких — наоборот ($\sigma_{\text{пг}} < \sigma_{\text{пз}}$); температура равной прочности границ и тела зерен (эквикогезивная температура) $T_{\text{экв}} \approx 0.4T_{\text{пл}}$ [3]. Линейный коэффициент теплового расширения (α) границ меньше, чем α тела зерен ($\alpha_{\text{г}} < \alpha_{\text{з}}$); причем такое различие сохраняется в широком интервале температур [7–9].

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для экспериментов использовали вырезанные из листов образцы армко-железа ($5.5 \times 11 \times 60$ мм) и ОЦК-сплава Fe–3 мас. % Si — кремнистого железа (монокристаллы (110) размером $0.27 \times 30 \times 30$ мм, поликристаллы размером $0.08 \times 30 \times 30$ и $2.5 \times 30 \times 30$ мм). Образец армко-железа изогнули в специальном приспособлении на угол 70° . Тонкие образцы кремнистого железа подвергали локальной осадке на установке Бриджмена (диаметр наковален 5 мм, деформация 25–30%). Результаты испытаний регистрировали фотосъемкой. Толстые образцы кремнистого железа подвергали локальному отжигу (медленный нагрев до $T_{\text{отж}} = 1550$ К, выдержка 4 ч, охлаждение с печью).

С помощью световой микроскопии изучали микроструктуру рекристаллизованного кремнистого железа. Границы зерен и отдекорированные во время отжига дислокации выявляли электролитическим травлением в растворе 50% CrO_3 + 50% H_2O . В этом случае привнесенные при изготовлении шлифа “свежие” дислокации не выявляются. Подготовка металлографических шлифов включала механическую шлифовку и полировку, химическую полировку в растворе 10% H_3PO_4 + 90% H_2O_2 . Химической полировкой также удалялся наклепанный при механической шлифовке и полировке слой. Ориентировку зерен определяли по фигурам, полученным травлением химически полированного образца в реактиве 70% H_2O + 30% H_2O_2 + несколько капель HCl .

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При исследовании микроструктуры рекристаллизованного крупнозернистого кремнистого железа обнаружены извилистые границы зерен (рис. 2а). Искривление границ, по нашему мнению, связано с тем, что при охлаждении поликристалла из-за того, что $\alpha_{\text{г}} < \alpha_{\text{з}}$, появляются на-

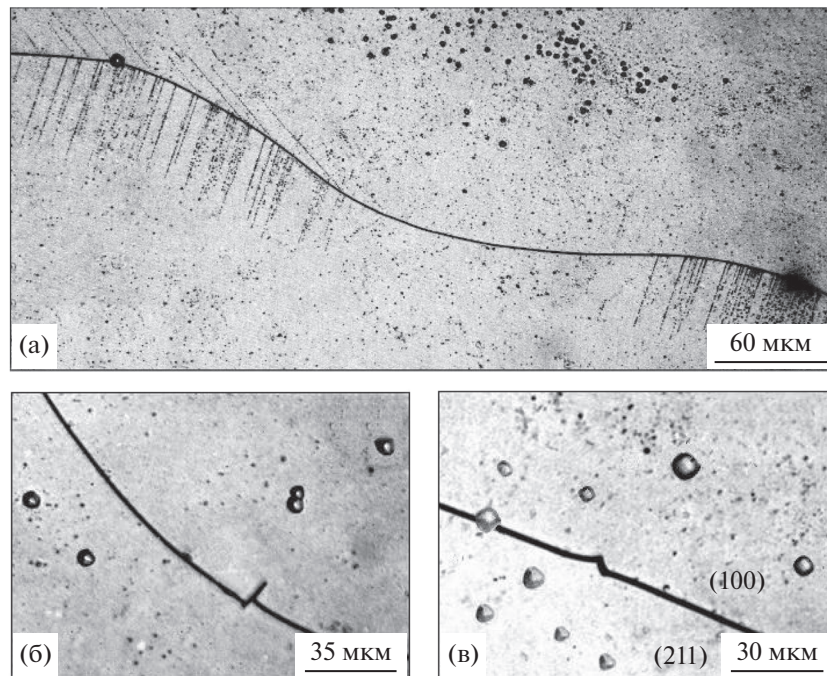


Рис. 2. Микроструктура приповерхностного слоя в плоскости листа сплава Fe–3% Si после высокотемпературного рекристаллизационного отжига: а – извилистая граница, б и в – излом и складка на большеугловых границах.

правленные вдоль границ сжимающие напряжения. Под действием этих напряжений, когда они превысят предел текучести зерен, граница теряет устойчивость и гофрируется. Этот процесс имеет взрывной характер. Как правило, гофрируются большеугловые границы и на них часто наблюдаются изломы и *V*-образные складки (рис. 2б, 2в). При искривлении граница деформирует приграничные объемы зерен с последующим образованием субструктуры в них (рис. 2а). Наблюдаемая картина удивительным образом коррелирует с данными [6] и дает основание считать, что образование сложного рельефа на поверхности поликристалла наиболее вероятно обусловлено деформацией границ и приграничных объемов зерен при охлаждении металла, а не миграцией границ при высокой температуре.

Рассмотрим деформацию границ и приграничных объемов зерен в приповерхностном слое поликристаллического металла при охлаждении. Допустим, что при определенном режиме рекристаллизационного отжига (медленный нагрев до $T_{отж} \gg T_{экр}$, непродолжительная выдержка) в листе металла, не испытывающем полиморфных превращений, границы выросших крупных зерен выпрямились и расположились перпендикулярно полированной поверхности. При этом поверхность листа остается гладкой, так как медленный нагрев, согласно [9], исключает образование ре-

льефа в процессе рекристаллизации, а термические канавки при короткой выдержке возникнуть не успевают.

Принимаем, что в поперечном сечении листа при охлаждении металла от $T_{отж}$ до $T_1 > T_{экр}$ зерна по толщине приповерхностного слоя сократились на величину Δh_z , а границы между ними – на $\Delta \ell_r$; причем $\Delta \ell_r < \Delta h_z$, так как $\alpha_r < \alpha_z$. Разница в изменении размеров границ и тела зерен, невозможность коротких участков границ изгибаться и сжиматься при охлаждении приведут к возвышению границ с приграничными объемами над поверхностью зерен (рис. 3а). Бóльшее сокращение размера зерен по ширине листа приводит к возникновению напряжений f , растягивающих находящуюся между ними границу в поперечном направлении. Поскольку $\sigma_{пз} > \sigma_{пг}$ при $T_1 > T_{экр}$, эти напряжения могут нарушить сплошность металла по границам с образованием трещин (канавок) простого симметричного профиля (рис. 3б). Глубина канавок зависит от градиента температур по толщине листа (на поверхности температура ниже, чем внутри металла), а ширина – от разницы α_r и α_z . В результате изменений размеров зерен и границ в приповерхностном слое при охлаждении на поверхности металла сформируются канавки, по “берегам” которых расположатся гребни одинаковой высоты (рис. 3в).

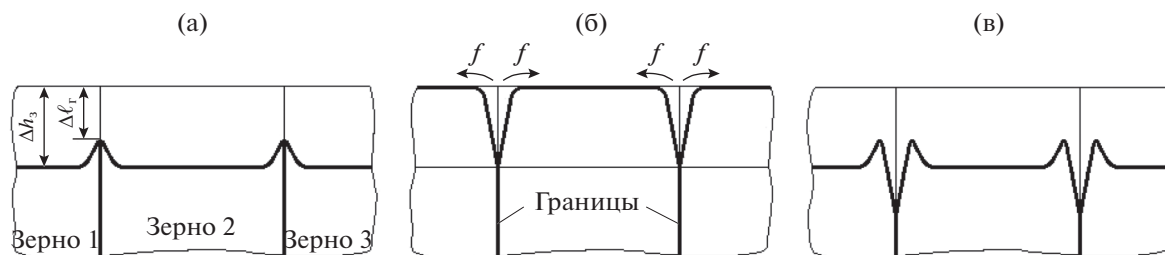


Рис. 3. Схема формирования рельефа на поверхности металлического поликристалла в поперечном сечении листа при охлаждении, учитывающая разницу свойств границ и тела зерен: а — по толщине листа; б — по ширине листа; в — суммарные изменения профиля.

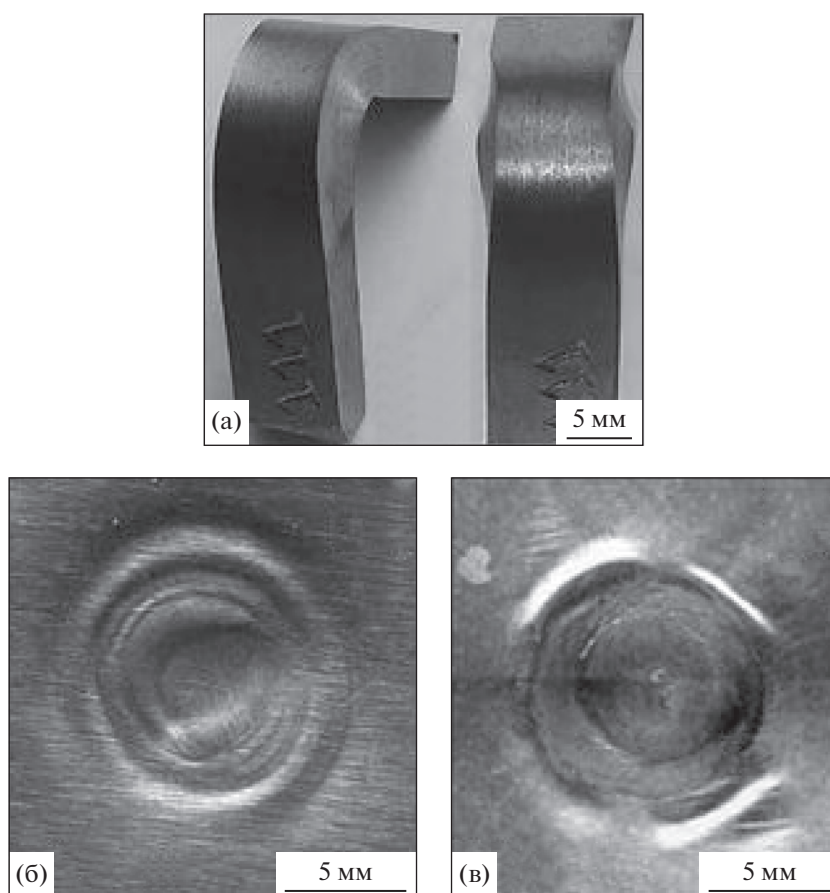


Рис. 4. Влияние тангенциальных (а) и радиальных (б, в) напряжений на формирование поверхностного рельефа (модельные эксперименты) при: (а) изгибе образца, (б) и (в) локальной осадке поли- и монокристалла соответственно.

При последующем охлаждении металла до $T_2 = T_{\text{экв}}$ высота гребней, ширина и глубина канавок будут увеличиваться. При дальнейшем понижении температуры до $T_3 < T_{\text{экв}}$ высота гребней по-прежнему будет подрастать, так как соотношение $\alpha_r < \alpha_z$ сохраняется; а ширина и глубина канавок останутся неизменными, так как $\sigma_{\text{пг}} > \sigma_{\text{пз}}$.

Если $T_{\text{отж}} < T_{\text{экв}}$, то при охлаждении на свободной поверхности поликристаллического металла

будет формироваться рельеф, состоящий только из возвышений металла на границах (см. рис. 3а).

Как показано выше, при охлаждении металла границы в плоскости листа могут гофрироваться. Согласно [10], при изгибе границы металл с выпуклой стороны испытывает радиальное сжатие и тангенциальное растяжение, а с вогнутой — радиальное растяжение и тангенциальное сжатие. Величина напряжений растяжения и сжатия тем

больше, чем меньше (острее) уголгиба [11]. Эти напряжения приводят к деформации приграничных объемов зерен. Примером действия значительных тангенциальных напряжений может служить изгиб образца из армко-железа. При углегиба 70° ширина образца на выпуклой поверхности уменьшилась на $\sim 10\%$ (с 11 до 10 мм), а на вогнутой — увеличилась на $\sim 15\%$ (с 11 до 12 мм), рис. 4а. Понятно, что при малом углегиба границы, имеющей канавку с гребнями одинаковой высоты (рис. 3в), гребень с выпуклой стороны границы уменьшится, а с вогнутой — увеличится. В итоге образуется сложный асимметричный профиль изогнутой границы — первый гребень будет всегда намного ниже второго (как на вставке рис. 1а). Но обусловлен такой профиль изгибом границы при охлаждении, а не ее миграцией при высокой температуре. Что касается радиальных напряжений, то они могут усложнить рельеф путем изменения высоты и основания гребней и создания канавок перед гребнем с выпуклой стороны границы, как на рис. 1а.

Иначе формируется рельеф при большом углегиба, когда тангенциальные напряжения малы и превалирующую роль играют радиальные напряжения. Из общих соображений и практики следует, что радиальные растягивающие напряжения с вогнутой стороны границы будут увеличивать основание гребня и уменьшать его высоту. Действие радиальных сжимающих напряжений демонстрирует модельный эксперимент по локальной осадке пластины кремнистого железа. На рис. 4б, 4в видно, что текущий из-под наковален металл деформирует пластину с образованием складок. В случае осадки поликристалла на 25–30% образуются две замкнутые концентрические складки (рис. 4б); а монокристалла — замкнутость второй складки нарушается из-за влияния кристаллографии (рис. 4в). Аналогичное нагружение испытывает металл с выпуклой стороны изогнутой границы. Поэтому на поверхности в этой зоне вместо одного гребня могут появиться другие, а между ними впадины. Впадины между гребнями, по нашему мнению, и являются “духами” (по терминологии [6]). При этом неизбежно изменится профиль рельефа поверхности, приведенный на рис. 3в. Высота гребня с выпуклой стороны границы увеличится, а его основание уменьшится. В результате, в месте небольшого изгиба границы при охлаждении металла образуется сложный асимметричный рельеф, подобный рельефу на рис. 1б.

В общем случае, при всех прочих равных условиях ширина канавок на границах, высота гребней и их асимметрия, количество и расположение впадин за гребнями зависят от разориентации смежных зерен. Чем ближе граница к большеуг-

ловой, тем больше разница коэффициентов теплового расширения границ и тела зерен и тем сложнее получится поверхностный рельеф при охлаждении поликристаллического металла после выдержки при высокой температуре.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенный анализ экспериментальных данных работы [6] показал, что многие экспериментальные факты не поддаются объяснению с позиции авторов, считающих, что сложный рельеф (шероховатость) на свободной поверхности металлических поликристаллов формируют движущиеся границы в процессе рекристаллизации. В настоящей работе предложен наиболее вероятный механизм образования сложного поверхностного рельефа при рекристаллизационном отжиге (по берегам канавки на границах зерен имеются гребни), который работает при охлаждении металла после выдержки при высокой температуре. При охлаждении приповерхностный слой поликристаллического металла подвергается сложной деформации, обусловленной разницей пределов прочности и коэффициентов теплового расширения границ и тела зерен. Этим и обусловлено образование канавок на границах и гребней по их берегам. Изгиб границ при охлаждении приводит к асимметрии профиля канавок и образованию складок за гребнями с выпуклой стороны границы.

Поверхностный рельеф (шероховатость) влияет на эксплуатационные свойства металлов, в частности ухудшает оптические характеристики металлических зеркал и препятствует движению границ магнитных доменов при перемагничивании, что снижает уровень магнитных свойств магнитомягких материалов. Но его образование можно значительно уменьшить или совсем устранить. Для этого в первом случае в изделии следует создать острую кристаллографическую текстуру, во втором — изделие должно быть монокристаллическим.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема “Магнит”, № АААА-А18-118020290129-5) при частичной поддержке УрО РАН (проект № 18-10-2-5).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Mullins W.* Theory of thermal grooving // *J. Appl. Phys.* 1957. V. 28. P. 333–339.
2. *Гребский М.В.* Структура границ зерен в металлах. М.: Металлургия, 1972. 160 с.
3. *Горелик С.С.* Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. 568 с.

4. Рекристаллизация металлических материалов / Ред. Ф. Хеснер. Пер. с англ., под ред. Копецкого Ч.В. М.: Металлургия, 1982. 352 с.
5. *Rios P.R., Siciliano F., Sandim H.R.Z., Plaut R.L., Padilha A.F.* Nucleation and growth during recrystallization // *Mater. Research*. 2005. V. 8. № 3. P. 225–238.
6. *Belyaeva A.I., Galuza A.A., Kolenov I.V., Savchenko A.A.* Thermal grain boundary grooves formation in tungsten under recrystallization // *Вопр. атомной науки и техники (ВАНТ)*. 2017. № 2 (108). С. 51–57.
7. *Юрьев С.Ф.* О роли термического расширения фаз при мартенситном превращении стали // *ЖТФ*. 1950. Т. 20. Вып. 5. С. 546–563.
8. *Губернаторов В.В., Владимиров Л.Р., Сычева Т.С., Пятыгин А.И.* О структурообразовании в поликристаллических металлах и сплавах. 1. Термоциклирование // *ФММ*. 2006. Т. 101. № 3. С. 306–310.
9. *Губернаторов В.В., Сычева Т.С., Казанцев В.А., Пилюгин В.П., Ольков С.А.* Роль теплового расширения в миграции границ // *Физическая мезомеханика*. 2011. Т. 14. № 4. С. 5–10.
10. *Гречников Ф.В.* Деформирование анизотропных материалов (Резервы интенсификации). М.: Машиностроение, 1998. 448 с.
11. *Гевелинг Н.Н., Пучков Б.И., Рахштадт А.Г., Рогельберг И.Л.* Приспособление для измерения релаксации напряжений в тонких пружинных лентах при изгибе // *Заводская лаборатория*. 1961. № 1. С. 89–91.