

## СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.3:539.89:539.25

### РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПРИ НАГРЕВЕ МЕДИ, ПОДВЕРГНУТОЙ ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ ДЕФОРМАЦИИ, ПРОИСХОДЯЩЕЙ ПРИ СХОЖДЕНИИ МАССИВНОЙ ЦИЛИНДРИЧЕСКОЙ ОБОЛОЧКИ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ВЗРЫВА

© 2020 г. В. И. Зельдович<sup>a, \*</sup>, Н. Ю. Фролова<sup>a</sup>, А. Э. Хейфец<sup>a</sup>, И. В. Хомская<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Институт физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

\*e-mail: zeldovich@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 13.08.2019 г.

После доработки 21.01.2020 г.

Принята к публикации 23.01.2020 г.

Исследован процесс рекристаллизации меди, подвергнутой высокоскоростной деформации с большой степенью обжатия при схождении массивной цилиндрической оболочки в цилиндр. Рекристаллизация происходит в две ступени, что обусловлено особенностями деформационной структуры. На первой, низкотемпературной ступени рекристаллизуются области, содержащие зерна деформационного происхождения с большой разориентацией (более 15 градусов). На второй ступени рекристаллизуются области, содержащие деформационные ячейки с малоугловыми границами. Для сравнения исследована рекристаллизация меди после нагружения плоской ударной волной. Рекристаллизация происходит путем миграции границ в одну ступень.

*Ключевые слова:* медь, высокоскоростная деформация, рекристаллизация

**DOI:** 10.31857/S0015323020060194

#### ВВЕДЕНИЕ

Рекристаллизация меди, подвергнутой большой квазистатической деформации, исследована во многих работах [1–4]. Температурный интервал рекристаллизации зависит от дефектности структуры, созданной при большой деформации [3, 5]. Чем меньше размер ячеек (зерен), полученных при деформации, тем больше запасенная энергия деформации, и тем ниже температура рекристаллизации [6, 7]. Кроме запасенной энергии деформации, важную роль для образования центров рекристаллизации играет локальная разориентация ячеек (зерен) [7]. В случае непрерывной рекристаллизации ее центрами служат субзерна с большой разориентацией [6, 8]. Установлено, что быстро растут те центры, на границе которых разориентировка относительно окружающей матрицы составляет более чем 15–20 градусов [6, 7].

Рекристаллизация меди, подвергнутой высокоскоростной деформации, исследована в меньшей степени. Высокоскоростная деформация обычно осуществляется с использованием взрывных технологий. Следует различать случай действия собственно ударных волн и случаи, когда ударно-волновое нагружение сопровождается большой пластической деформацией с изменением размеров. Ко второму случаю относятся сварка взрывом [9],

взрывное схождение оболочек [10], динамическое канально-угловое прессование [11]. Действие ударных волн с амплитудой давления порядка 10 ГПа повышает плотность дислокаций и может приводить к формированию дислокационных ячеек [12, 13]. Однако размер зерен не изменяется, и локальная разориентация в зернах практически не возрастает [13–15]. Рекристаллизация в этом случае происходит при более высоких температурах, чем после холодной квазистатической деформации с такой же степенью упрочнения [13, 14]. Действие ударных волн, совмещенное с большой пластической деформацией, как и большая квазистатическая деформация, приводит к образованию дисперсных структур [11, 16–19]. Рекристаллизация таких структур в меди не исследована, за исключением статьи [20]. Цель настоящей работы состоит в исследовании рекристаллизации меди после высокоскоростной деформации с большими значениями остаточной деформации, полученной при схождении цилиндрической оболочки.

#### МЕТОДИКА

Массивная цилиндрическая оболочка из меди М1 наружным диаметром 130 мм и толщиной стенки 5.9 мм сошла под действием взрыва в сплошной цилиндр диаметром 58 мм [18]. В поперечном сечении цилиндра образовались три

кольцевые зоны: деформации, рекристаллизации и кристаллизации [18]. В зоне деформации истинная деформация  $\epsilon$  изменялась от 0.8 на поверхности до 2 на внутренней границе зоны, средняя скорость деформации была порядка  $10^4 \text{ с}^{-1}$ , температура на поверхности была  $200^\circ\text{C}$ , на границе зоны –  $500^\circ\text{C}$  [18]. Для исследования рекристаллизации были вырезаны небольшие образцы из зоны деформации, на расстоянии  $\sim 9$  мм от поверхности цилиндра. На этом расстоянии истинная деформация была 1.2, скорость деформации –  $4 \times 10^4 \text{ с}^{-1}$ , температура –  $250^\circ\text{C}$ . Образцы были нагреты до температур в интервале  $150\text{--}500^\circ\text{C}$ , с выдержкой 1 мин и 1 ч. Шлифы и фольги были приготовлены на поперечном сечении цилиндра. Металлографические исследования были выполнены на микроскопе EPITYP-2, EBSD-анализ – на растровом микроскопе Quanta 200, фольги просматривали на микроскопе JEM-200CX, твердость была измерена на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 0.98 Н.

Был выполнен сравнительный эксперимент по нагружению малого медного цилиндра, диаметром 14 мм и высотой 15 мм, плоской ударной волной, создаваемой метаемой пластиной (ударником). Ударный импульс на тыльной стороне цилиндра имел треугольную форму с амплитудой давления 36 ГПа и длительностью 2.8 мкс. Остаточная истинная деформация была невелика ( $\epsilon = 0.3$ ) по сравнению с деформацией в кольцевой зоне схлопнутого цилиндра. Образцы, вырезанные из тыльной части цилиндра, были нагреты до температур рекристаллизации,  $300\text{--}400^\circ\text{C}$ , с выдержкой 1 мин.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В зоне деформации полученного схлопнутого цилиндра образовались структурные составляющие двух типов: области с двойниками, содержащие зерна деформационного происхождения с разориентацией более 15 град, и области с ячейками, имеющими малоугловые границы [21]. Естественно предположить, что процесс рекристаллизации будет происходить по-разному в этих областях. На рис. 1 представлена зависимость твердости вырезанных из деформированной зоны образцов от температуры нагрева. Кривая 1 соответствует выдержке образцов в течение 1 мин [21], кривая 2 – выдержке 1 ч. Видно, что процесс рекристаллизации происходит в две ступени. Можно было бы считать, что падение твердости на первой ступени связано с процессом возврата. Однако это не так. Исследование структуры показывает, что при температурах первой ступени уже происходит рекристаллизация. Кроме того, при схлопывании температура на расстоянии  $\sim 9$  мм от поверхности

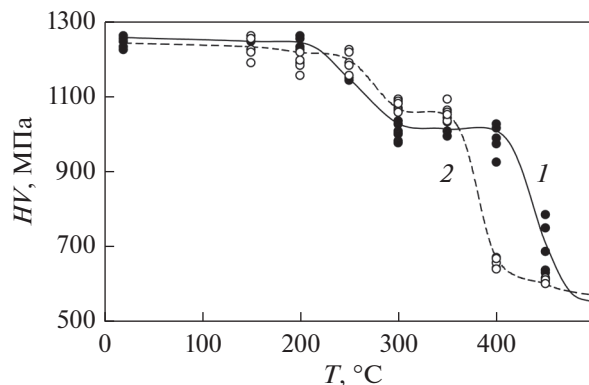
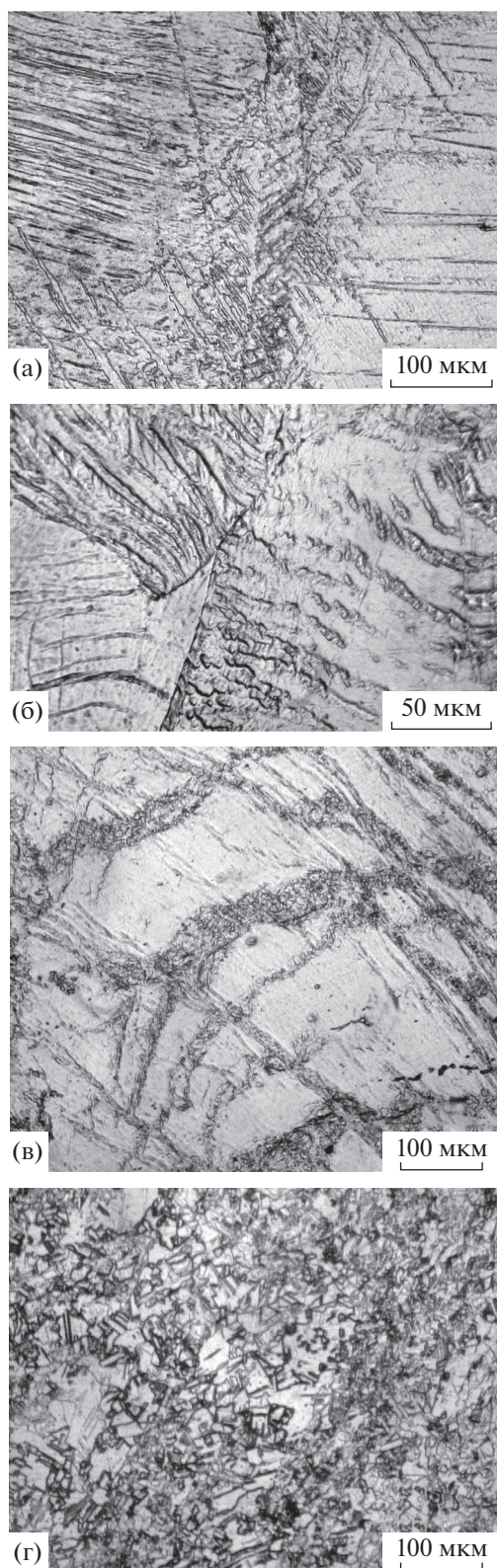


Рис. 1. Зависимость твердости от температуры нагрева. Время выдержки 1 мин (кривая 1) и 1 ч (кривая 2).

цилиндра повышалась до  $250^\circ\text{C}$ , следовательно возврат происходил уже в ходе деформации.

Первая ступень при обоих временах выдержки наблюдается при температурах  $250\text{--}300^\circ\text{C}$ . Твердость при температурах 250–300 °C падает от 1250 до 1000 МПа. Положение второй ступени понижается по температуре с увеличением времени выдержки. При выдержке 1 мин падение твердости от 1000 до 500 МПа наблюдается при  $400\text{--}500^\circ\text{C}$ , а при выдержке 1 ч – при  $350\text{--}450^\circ\text{C}$ . Независимость положения первой ступени от времени выдержки указывает на то, что рекристаллизация здесь происходит практически без инкубационного периода, в то время как на второй ступени инкубационный период существует. Так как существование инкубационного периода связано с образованием центров рекристаллизации, то можно сделать вывод, что на первой ступени новые рекристаллизованные зерна вырастают из подготовленных центров рекристаллизации, а на второй ступени требуется образование центров.

В работе [14] была исследована рекристаллизация в монокристалле меди, подвергнутом ударно-волновому нагружению с давлением 43.3 ГПа. Ударно-волновое нагружение слабо изменило текстурное состояние монокристалла. Для сравнения в работе [14] была исследована рекристаллизация после холодной деформации на 92%. Рекристаллизация после ударно-волнового нагружения происходила при более высокой температуре, чем в холодно-деформированном материале. Замедленная рекристаллизация в нагруженной ударными волнами меди была объяснена трудностью зарождения новых зерен в матрице с малыми разориентациями соседних элементов структуры. На основании этих экспериментов сделан общий вывод [7], что для образования центров рекристаллизации важна не только запасенная при холодной деформации энергия, но и такая характеристика деформированного состояния, как локальная разориентация.

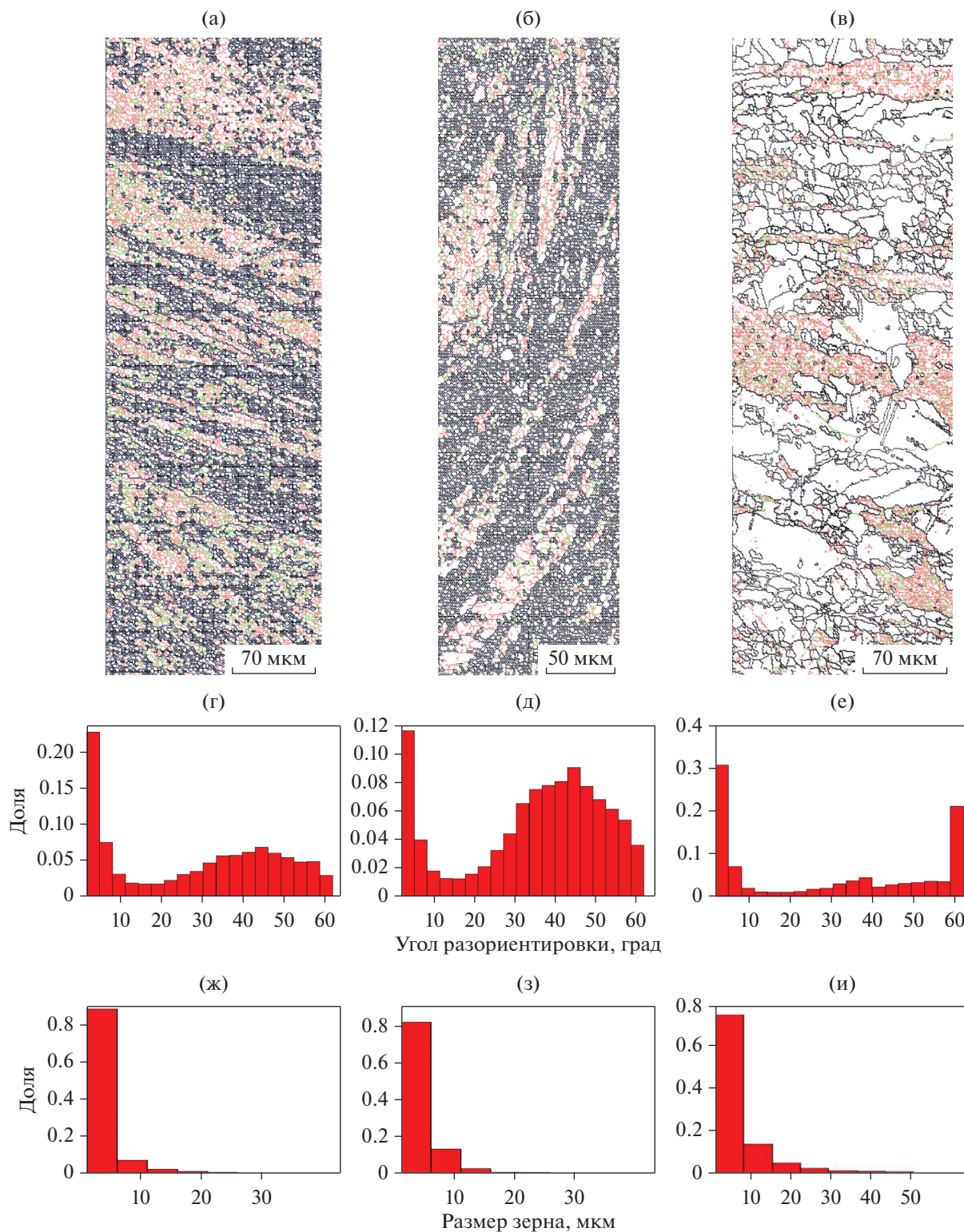


**Рис. 2.** Начальная стадия рекристаллизации (а), рекристаллизация на деформированных двойниках (б, в), полностью рекристаллизованная структура (г). Режимы нагрева: 250°C, 1 мин (а); 300°C, 1 ч (б); 400°C, 1 мин (в); 450°C, 1 ч (г).

Деформированная структура в схлопнутом цилиндре содержала области, в которых разориентация возникших при деформации зерен была более 15 град [21], следовательно, выполнялось условие для быстрого роста центров рекристаллизации. В областях с деформационными ячейками близкой ориентации для образования центров рекристаллизации требовался инкубационный период, и рекристаллизация начиналась при более высокой температуре. Таким образом, рекристаллизация на первой ступени происходила в областях, содержащих большеугловые границы, на второй ступени – в областях с малоугловыми границами.

На рис. 2а показан участок вдоль границы, иллюстрирующий начальную стадию рекристаллизации. В объеме исходных зерен размером 150–200 мкм видны прямолинейные деформационные двойники. Вблизи границы образовались отдельные мелкие зерна размером от 3 до 6 мкм. Рекристаллизованные участки часто имеют длинную стреловидную форму, получившуюся путем слияния мелких зерен. После нагрева в интервал температур первой ступени рекристаллизации можно наблюдать образование новых зерен вдоль изогнутых двойников (рис. 2б, 2в). Размер зерен на рис. 2б составляет 6–7 мкм; на рис. 2в – не более 5 мкм. Можно заключить, что деформация двойников, особенно пакетов двойников [21], создает зерна с большой разориентацией, многие из которых служат центрами рекристаллизации. При нагреве в интервал температур второй ступени образуется мелкозернистая структура (рис. 2г), в которой размер новых рекристаллизованных зерен изменяется в широких пределах, от 10 до 40 мкм.

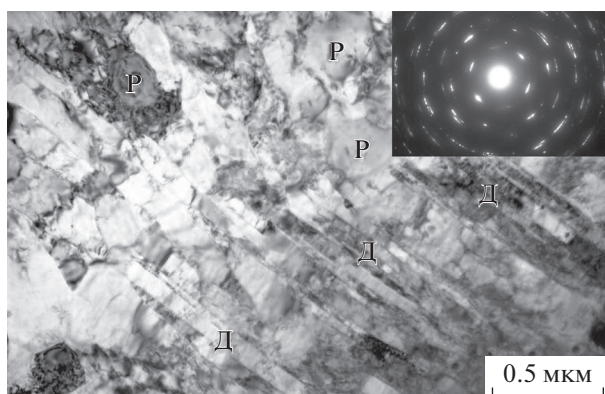
На рис. 3 представлены результаты исследования структуры на растровом электронном микроскопе. Показан вид и характеристики структуры в трех состояниях: после нагрева деформированной структуры до температуры начала рекристаллизации, после первой ступени рекристаллизации и после нагрева до температуры вблизи конца второй ступени рекристаллизации. На рис. 3а, 3б, 3в представлено изображение границ зерен и субзерен, разделенных по углам разориентации. Границы с углами разориентации менее 15 град показаны серым цветом, с углами более 15 град – черным. Сравнение гистограмм распределения зерен по размерам показывает, что в результате нагрева до 250 и 350°C размер зерен изменяется незначительно, только после нагрева до 400°C появляются более крупные зерна, что видно на рис. 3в. Гистограммы распределения границ по углам разориентации показывают, что в результате нагрева до 350°C уменьшается доля малоугловых границ и увеличивается доля большеугловых. В деформированном состоянии доля малоугловых границ, с разориентацией менее 15 град, была 0.55 [21], после нагрева до 250 и 350°C стала 0.35 и 0.19 соответственно. Таким образом, на первой ступени



**Рис. 3.** Изображение границ, сформированных при отжиге деформированной меди (а, б, в), гистограммы распределения границ по углам разориентации (г, д, е), гистограммы распределения зерен–субзерен по размерам (ж, з, и). Температуры нагрева, °С: 250 (а, г, ж); 350 (б, д, з); 400, (в, е, и); выдержка 1 ч.

рекристаллизации образуются участки с мелкозернистой разориентированной структурой. После нагрева до 400°C появляется пик границ с уг-

лами разориентации 60 град, характерный для двойников отжига, очертания которых можно увидеть на рис. 3в.



**Рис. 4.** Двойники, субзерна и рекристаллизованные зерна после нагрева при 300°C, 1 ч.

На рис. 4 представлена структура с деформационными двойниками и мелкими зернами (размером 200–300 нм), образовавшимися на первой ступени рекристаллизации. Форма зерен, близкая к шестиграннику, указывает на то, что они образовались в результате рекристаллизации. Присутствие тонких двойников, испытавших деформацию, создает высокий уровень общей локальной разориентации структуры, что способствует образованию центров рекристаллизации.

Сравним описанный двухступенчатый процесс рекристаллизации с рекристаллизацией в малом цилиндре после его нагружения плоской ударной волной, при небольшой остаточной деформации. При нагружении образовались тонкие неискаженные прямолинейные двойники, толщиной менее 5 мкм [21]. В полученной структуре процесс первичной рекристаллизации при кратковременных выдержках в течение 1 мин начинался при 350°C, а при 400°C за это же время первичная рекристаллизация завершилась. Низкотемпературная ступень рекристаллизации, которая была зафиксирована в схлопнутом цилиндре при температурах 250–300°C, в этом случае отсутствовала. На рис. 5 показаны примеры роста новых рекристаллизованных зерен. Видно, что зерна растут путем миграции границ, мигрирующие границы указаны стрелками. Иногда быстрая миграция границы приводит к образованию удлиненных прямоугольных участков. Измельчение зерна практически не наблюдается. Сравнение процесса рекристаллизации в схлопнутом и малом цилиндрах показывает, что пластическая деформация структуры, содержащей двойники, оказывает сильное влияние на кинетику и механизм рекристаллизации, так как является необходимым условием быстрого зарождения центров рекристаллизации.

Представляет интерес сравнить наши результаты исследования рекристаллизации с результатами работы [22], в которой был исследован процесс рекристаллизации меди после деформации



**Рис. 5.** Рекристаллизация путем миграции границ в малом цилиндре, нагруженном плоской ударной волной. Нагрев при 350°C, 1 мин.

ударными волнами с амплитудами давления 15.5 и 41 ГПа. После деформации с давлением 41 ГПа рекристаллизация проходила при температурах на 100°C ниже, чем после деформации с давлением 15.5 ГПа. Важно, что после деформации с давлением 41 ГПа инкубационный период отсутствовал, в то время как после деформации с давлением 15.5 ГПа он был довольно большой. Этот факт указывал на различный механизм образования и роста рекристаллизованных зерен [22]. При электронно-микроскопическом исследовании авторы нашли, что и в том, и в другом случае в деформированной структуре имелось большое количество двойников, и структура состояла из ячеек, хотя стенки ячеек не были четко оформлены. Однако образование новых зерен при нагреве шло по разным механизмам. После деформации с давлением 41 ГПа рекристаллизованные зерна возникали в местах пересечения двойников и двойников с границами зерен, в то время как после деформации с давлением 15.5 ГПа рекристаллизация происходила путем миграции границ. Эти два механизма соответствуют нашим наблюдениям процесса рекристаллизации в разных областях деформированной структуры. По всей видимости, в работе [22] после деформации с давлением 41 ГПа были готовые центры рекристаллизации, хотя авторы об этом не пишут.

В табл. 1 представлены температуры рекристаллизации меди М1, подвергнутой деформации разными методами. Как видно, температура рекристаллизации сильно зависит от способа деформации. Способ деформации определяет дефектность деформированной структуры. Самая дисперсная нанокристаллическая структура и, соответственно, самая низкая температура рекристаллизации получается после деформации сдвигом под давлением [1, 23] и после криогенной прокатки [24]. После динамического каналь-

**Таблица 1.** Температуры рекристаллизации меди, деформированной разными методами

Способ деформации	Ударные волны	Схлопывание оболочки	ДКУП	Сдвиг под давлением	Криогенная прокатка (при 20 и 77 К)
Температуры рекристаллизации, °С	350–400	250–300 (1-ая ступень) 400–450 (2-ая ступень)	150–250 [20]	100 и ниже [1, 23]	59 86 [24]

но-углового прессования (ДКУП) в меди формируется субмикроструктурная структура из разориентированных зерен–субзерен, и температура рекристаллизации равна 150–250°С [11, 20]. Эта температура близка к температуре первой ступени рекристаллизации в схлопнутом цилиндре. После нагружения плоской ударной волной степень деформации меньше, практически отсутствуют локальные разориентировки, и температура рекристаллизации повышается до 350–400°С. Это значение близко к температуре второй ступени рекристаллизации в схлопнутом цилиндре. Таким образом, подтверждается объяснение двухступенчатой рекристаллизации, связанное с дефектностью деформационной структуры, полученной при высокоскоростной деформации [21].

### ВЫВОДЫ

1. Рекристаллизация меди, подвергнутой действию ударной волны и последующей высокоскоростной деформации сжатия при схождении цилиндрической оболочки в цилиндр, происходит из многих центров через зарождение и рост новых зерен. Рекристаллизация носит двухступенчатый характер. После рекристаллизации получается мелкозернистая структура, размер зерен в которой изменяется в широких пределах, от 10 до 40 мкм. Рекристаллизация меди, подвергнутой действию плоской ударной волны при небольшой пластической деформации (при нагружении метаемым ударником), происходит в одну ступень. Температурный интервал рекристаллизации 350–400°С. Размер рекристаллизованных зерен составляет 150–200 мкм, и практически не изменяется по сравнению с исходным состоянием.

2. Двухступенчатый характер рекристаллизации в схлопнутом цилиндре обусловлен присутствием областей с различной дефектностью деформационной структуры, образовавшейся при схождении оболочки. В областях структуры, содержащих зерна деформационного происхождения с большой разориентацией, облегчено образование центров рекристаллизации, и инкубационный период практически отсутствует. Температурный интервал рекристаллизации в этих областях 250–300°С. В областях с ячейками, характеризующимися малоугловой разориентацией, для образования центров рекристаллизации необходим инкубационный период, про-

должительность которого зависит от температуры и времени выдержки. Температурный интервал рекристаллизации 400–450°С.

Работа выполнена в рамках темы “Структура” (№ АААА-А18-118020190116-6) при частичной поддержке Комплексной программы УрО РАН (проект 18-10-2-39).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Десярев М.В. Особенности низкотемпературной рекристаллизации никеля и меди // ФММ. 1986. Т. 62. № 3. С. 566–570.
2. Амирханов Н.М., Исламгалиев Р.К., Валиев Р.З. Релаксационные процессы и рост зерен при изотермическом отжиге ультрамелкозернистой меди, полученной интенсивной пластической деформацией // ФММ. 1998. Т. 86. № 3. С. 99–105.
3. Десярев М.В., Воронова Л.М., Губернаторов В.В., Чащухина Т.И. О термической стабильности микроструктурной структуры в однофазных металлических материалах // ДАН. 2002. Т. 386. № 2. С. 180–183.
4. Чувильдеев В.Н., Копылов В.И., Нохрин А.В., Макаров И.М., Малашенко Л.М., Кукареко В.А. Рекристаллизация в микроструктурных меди и никеле, полученных методами РКУ-прессования // ФММ. 2003. Т. 96. № 5. С. 51–60.
5. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
6. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: МИСиС, 2005. 432 с.
7. Рекристаллизация металлических материалов / Под редакцией Ф. Хесснера. Пер. с англ. М.: Металлургия, 1982. 352 с.
8. Счастливцев В.М., Зельдович В.И. Физические основы металловедения. Екатеринбург. Издат. УМЦ УПИ, 2015. 224 с.
9. Дерibas А.А. Физика упрочнения и сварки взрывом. Новосибирск: Наука, 1989. 221 с.
10. Огородников В.А. Вязкость и ее роль в динамических процессах. Саров: ФГУП “РФЯЦ-ВНИИ-ЭФ”, 2012. 238 с.
11. Бродова И.Г., Зельдович В.И., Хомская И.В., Шорохов Е.В., Петрова А.Н., Хейфец А.Э., Ширинкина И.Г., Фролова Н.Ю. Структура и свойства субмикроструктурных цветных металлов и сплавов при экс-

- тремальных воздействиях. Екатеринбург. Издат. УМЦ УПИ, 2018. 361 с.
12. Ударные волны и явления высокоскоростной деформации металлов / Под ред. Мейерса М.А. и Мурра Л.Е. М.: Металлургия, 1984. 512 с.
  13. *Эпштейн Г.Н.* Строение металлов, деформированных взрывом. М.: Металлургия, 1988. 280 с.
  14. *Higgins G.T.* The Structure and Annealing Behavior of Shock-Loaded, Cube-Oriented Copper. // *Met. Trans.* 1971. V. 2. № 5. P. 1277–1282.
  15. *Meyers M.A., Gregori F., Kad B.K., Schneider M.S., Kalantar D.H., Remington B.A., Ravichandran G., Boehly T., Wark J.S.* Laser-induced shock compression of monocrystalline copper: characterization and analysis // *Acta Mater.* 2003. V. 51. № 5. P. 1211–1228.
  16. *Рыбин В.В., Ушанова Э.А., Золоторевский Н.Ю.* Особенности строения разориентированных структур в бислойной пластине медь–медь, полученной сваркой взрывом // *Журн. технической физики.* 2013. Т. 83. Вып. 9. С. 63–72.
  17. *Зельдович В.И., Фролова Н.Ю., Хейфец А.Э., Долгих С.М., Гаан К.В., Шорохов Е.В.* Деформационно-температурные процессы, происходящие при схлопывании толстой цилиндрической оболочки из стали 20 // *ФММ.* 2015. Т. 116. № 3. С. 300–308.
  18. *Зельдович В.И., Фролова Н.Ю., Хейфец А.Э., Долгих С.М., Гаан К.В., Шорохов Е.В.* Деформационные и термические процессы, происходящие при высокоскоростном схлопывании массивной цилиндрической оболочки из меди // *ФММ.* 2018. Т. 19. № 6. С. 573–581.
  19. *Хомская И.В., Зельдович В.И., Шорохов Е.В., Фролова Н.Ю., Жгилев И.Н., Хейфец А.Э.* Особенности формирования структуры в меди при динамическом канально-угловом прессовании // *ФММ.* 2008. Т. 105. № 6. С. 621–629.
  20. *Хомская И.В., Зельдович В.И., Хейфец А.Э., Фролова Н.Ю., Дякина В.П., Казанцев В.А.* // Эволюция структуры при нагреве субмикроструктурной и нанокристаллической меди, полученной высокоскоростным деформированием // *ФММ.* 2011. Т. 111. № 4. С. 383–390.
  21. *Зельдович В.И., Фролова Н.Ю., Хейфец А.Э., Хомская И.В., Шорохов Е.В.* Структурные превращения в меди при высокоскоростной деформации, происходящей при сжатии массивной цилиндрической оболочки под действием взрыва // *ФММ.* 2020. Т. 121. № 5.
  22. *Chojnowski E.A., Cahn R.W.* Annealing of Shock-Deformed Copper / In: *Metallurgical Effects at High Strain Rates.* by eds. Rohde R.W., Butcher V.M., Holland J.R., Karnes C.H. Springer. Boston. MA, 1973. P. 631–644.
  23. *Чашухина Т.И., Воронова Л.М., Дегтярев М.В.* Влияние температурно-скоростных условий деформации на рост зерна при нагреве меди и железа // *Изв. РАН. Сер. физич.* 2007. Т. 71. № 2. С. 283–286.
  24. *Гиндин И.А., Лазарев Б.Г., Стародубов Я.Д., Лазарева М.Б.* О низкотемпературной рекристаллизации меди, прокатанной при 77 и 20 К // *ДАН СССР.* 1966. Т. 171. № 3. С. 552–554.