

01;05

Эволюция микротекстуры и микроструктуры в процессе формирования шейки в сплаве Zr–1%Nb

© Т.М. Полетика, А.П. Пшеничников, С.Л. Гирсова

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
634021 Томск, Россия
e-mail: poletm@ispms.tsc.ru

(Поступило в Редакцию 28 февраля 2011 г.)

Методом дифракции обратно рассеянных электронов проведен анализ эволюции микротекстуры и факторов Шмидта при растяжении в условиях формирования шейки. Установлена взаимосвязь колебательной неустойчивости пластического течения в очаге деформации в режиме „упрочнение–разупрочнение“ с геометрическим упрочнением (разупрочнением) в процессе переориентации плоскостей легкого скольжения с зернами относительно оси нагружения. Выявлена связь активности различных систем скольжения с закономерностями эволюции количественных параметров микроструктуры.

Ранее установлено [1,2], что ГПУ-сплавы циркония характеризуются немонотонным деформационным поведением, которое проявляется на параболической стадии кривой пластического течения при показателе деформационного упрочнения $0.5 < n < 0.2$ и сопровождается колебательным изменением локальной скорости деформации в режиме „упрочнение–разупрочнение“ в очаге деформации, что сопровождается периодически прогрессирующим уменьшением поперечного сечения образца и формированием шейки. В [3] выявлена взаимосвязь колебательного изменения локальной скорости деформации с цикличностью эволюции микроструктуры в очаге, которая сопровождается изменением размера, удлинением и вытягиванием структурных элементов и, таким образом, может быть связана с особенностями формирования текстуры материала. Действительно, для материалов с пластической анизотропией изменение геометрии образца, сопряженное с изменением напряженно-деформированного состояния и локализацией течения, неизбежно сопровождается возникновением текстурной неоднородности [4]. Несмотря на наблюдаемый в последнее время повышенный интерес к деформационному поведению α -Zr и его сплавов, механизмы их текстурообразования остаются не до конца ясными. Это связано с недостатком экспериментальных данных о закономерностях кристаллической переориентации отдельных зерен, определяемой сдвиговыми напряжениями в активизируемых в них системах скольжения и двойникования. До сих пор обсуждается возможность реализации тех или иных вторичных систем скольжения при низкотемпературной деформации, роль базисного скольжения и двойникования в образовании и развитии текстур деформации [5,6]. Отсутствует информация о взаимосвязи активносой различных систем скольжения в α -Zr с развитием микроструктуры образца (степени дисперсности структуры, морфологии зерен и субзерен, спектра разориентаций границ). В то же время очевидно, что особенности эволюции микротекстуры и микроструктуры в материалах с выраженной анизотро-

пией упругих и пластических свойств могут определять физические причины возникновения немонотонного деформационного поведения. Это определило цель настоящей работы: выявление взаимосвязи возникновения неустойчивости пластического течения при растяжении ГПУ-сплавов циркония с механизмами их текстурообразования, а также выявление зависимости эволюции дефектной структуры от кристаллографической ориентации локального деформированного микрообъема материала.

Материалы и методы исследований

В качестве материала для исследований был выбран рекристаллизованный циркониевый сплав Zr–1%Nb, имеющий простой химический состав и внутреннюю структуру, состоящую из зерен α -Zr (средний размер $5 \mu\text{m}$), с включениями β -Zr размером $0.05 \mu\text{m}$. Образцы для исследования вырезали из трубных заготовок параллельно направлению прокатки и подвергли одноосному растяжению на испытательной машине „INSTRON 1185“ при скорости деформации $4 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$. Использовали деформационные кривые, перестроенные в истинных координатах по текущему минимальному поперечному сечению и действующей нагрузке. Истинную деформацию в области очага макролокализации определяли с использованием метода реперов в сочетании с фотосъемкой образца в процессе испытаний [2]. Закономерности эволюции структуры и микротекстуры изучали по методу дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Образцы для исследований вырезали из центральной части деформированного образца вдоль оси нагружения, при этом использовали область минимального поперечного сечения при различных степенях деформации. Характер переориентации кристаллитов рассматривался в трех направлениях: направлении растяжения (НР), поперечном (ПН) и нормальном к поверхности образца (НН). Анализ систем скольжения, активизируемых в процессе деформации, проводили с

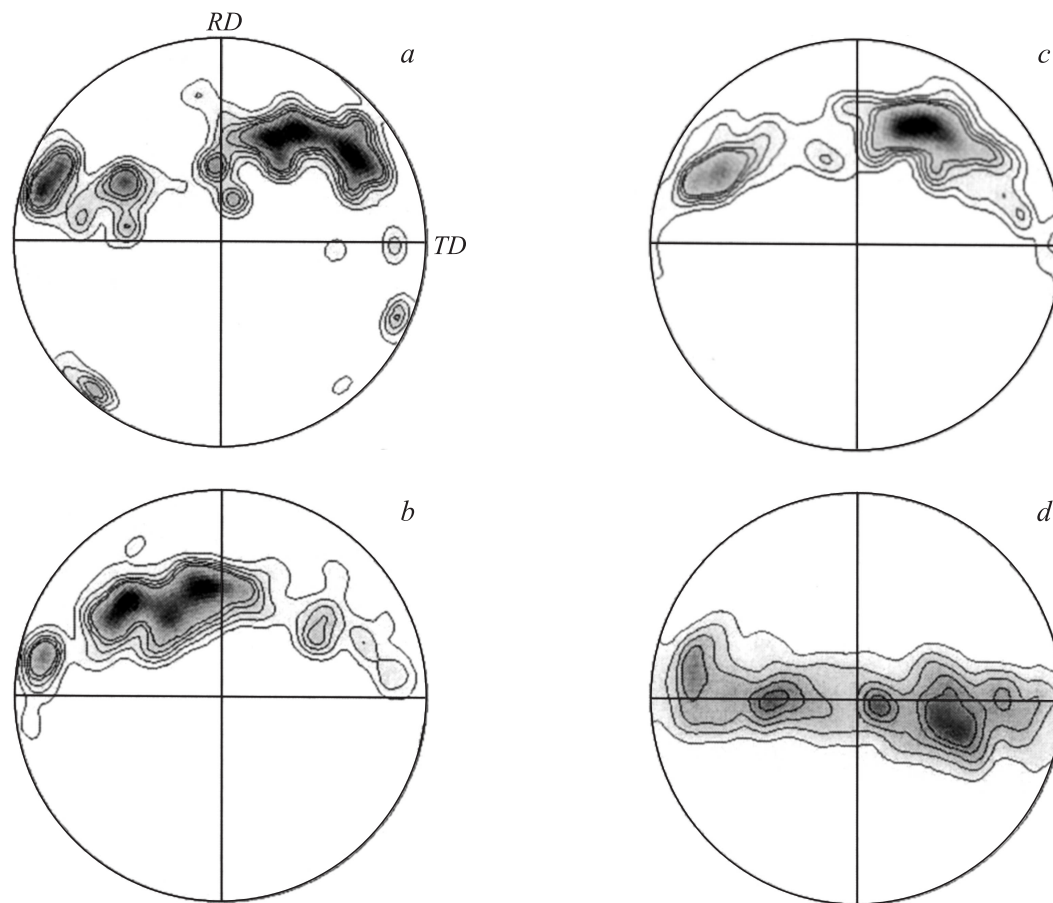


Рис. 1. Изменение полюсной плотности на ППФ для плоскости $\{0001\}$ в зависимости от степени локальной деформации e : a — 0, b — 10, c — 20, d — 40% (RD — направление растяжения, TD — поперечное направление).

помощью расчета факторов Шмида ($SF = \cos \chi_0 \cos \lambda_0$, где χ_0 — начальный угол между плоскостью скольжения и осью растяжения, λ_0 — начальный угол между направлением скольжения и осью растяжения), которые характеризуют напряжение сдвига по плоскости скольжения, приведенное к направлению скольжения. Проводили анализ изменения размера зерен/субзерен, распределения границ по углам разориентации, параметров и содержания специальных границ.

Результаты и их обсуждение

Использование метода EBSD позволило получить информацию об изменении в процессе деформации пространственного распределения ориентировок зерен и субзерен, а также их морфологии и степени дисперсности. На рис. 1, a приведены прямые полюсные фигуры (ППФ), показывающие распределение нормалей к плоскости $\{0001\}$ в НН при различных степенях локальной деформации. В исходном состоянии наблюдается квазистойчивая текстура типа CB , типичная для промежуточных степеней холодной прокатки [4]. Для нее характерно преимущественное отклонение базисных

нормалей от НН к НР на углы 10–40 deg. так, что они образуют эллипсообразный пояс.

В интервале деформаций 5–15% ($0.5 > n > 0.2$) текстура CB сохраняет относительную устойчивость, что может быть обеспечено взаимно уравновешенным действием базисных $\langle a \rangle$ и пирамидных $\langle c + a \rangle$ систем скольжения [4]. Однако при этом наблюдается перераспределение полюсной плотности в области эллипсообразного пояса, сопровождающееся изменением симметрии ППФ относительно НР (рис. 1). Это свидетельствует о несбалансированности действия различных систем скольжения и является результатом возникновения отличных от нуля сдвиговых (недиагональных) компонент тензора деформации, ответственных за угловые повороты [7]. Данный процесс обусловлен формированием сложного напряженно-деформированного состояния с очаге деформации и активизируется с началом локального неоднородного изменения геометрии образца (при $\sim 5\%$ деформации) [2], что и является движущей силой для запуска наблюдаемых колебаний симметрии ППФ. В случае перехода к обратным полюсным фигурам (ОПФ) устойчивость деформации проявляется в колебательном характере смещения текстурных максимумов в области центра стереографического сектора

по дуге между ребрами $\langle 0001 \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$ и $\langle 0001 \rangle \langle 10\bar{1}0 \rangle$. В [7] показано, что подобная нестабильность ориентаций возникает при действии сопряженных базисного и пирамидального скольжения в условиях высоких градиентов напряжений сжатия и растяжения и приводит к неравномерному проявлению процессов упрочнения и разупрочнения в локальных областях материала, что может сопровождаться немонотонным деформационным поведением. В [6] экспериментально установлено, что неоднородность напряженного состояния в ГПУ-сплавах циркония обеспечивается гетерогенностью их деформации, связанной с разностью упругих и пластических свойств, различно ориентированных к легкому призматическому скольжению „мягких“ и „твердых“ зерен. Так, „мягкие“ зерна в состоянии растяжения, а „твердые“ — в состоянии сжатия, что может приводить к появлению в образце зон упрочнения и разупрочнения. Согласно данным [3], при деформации исследуемого сплава в области неустойчивости зоны локального упрочнения характеризуются формированием субструктуры, а локального разупрочнения — ее разрушением.

На стадии устойчивого формирования шейки от 15% деформации до разрушения ($n < 0.2$) наблюдается существенное видоизменение ППФ с образованием текстуры типа *C*, для которой нормали к базисной плоскости ориентированы вдоль НН (рис. 1, *d*), чему должно способствовать совместное действие базисного скольжения и двойникования [4]. Возрастающая роль геометрического фактора в условиях уменьшения поперечного сечения образца приводит к формированию устойчивой аксиальной текстуры.

Совместный анализ эволюции микротекстуры и распределения факторов Шмида позволил выявить действующие системы скольжения и определить закономерности переориентации зерен (субзерен) в процессе деформации. На рис. 2 представлены распределения зерен по факторам Шмида для призматического $\{01\bar{1}0\} \langle 1\bar{2}10 \rangle$ и базисного $\{0001\} \langle 1\bar{2}10 \rangle$ скольжения относительно НР. Фактор Шмида для пирамидального (*a*) и $\langle c + a \rangle$ скольжения всегда благоприятен и в процессе деформации практически не меняется. В отсутствие двойникования именно внебазисное $\langle c + a \rangle$ скольжение определяет пластические смещения вдоль оси $\langle c \rangle$. На рис. 3 приведены карты ориентаций для основного призматического скольжения. С самого начала деформации первыми нагружаются зерна, имеющие ориентации, благоприятные для легкого призматического скольжения, что приводит к их быстрому деформационному наклепу с образованием вытянутых вдоль оси растяжения фрагментов (рис. 3, *b*), их переориентации и уменьшению фактора Шмида в действующей призматической системе до ~ 0.1 (рис. 2, *b*). Это согласуется с данными электронной микроскопии [8] о существенной неоднородности эволюции дефектной структуры в различно ориентированных зернах уже на пределе текучести ($\sim 2\%$ общей деформации).

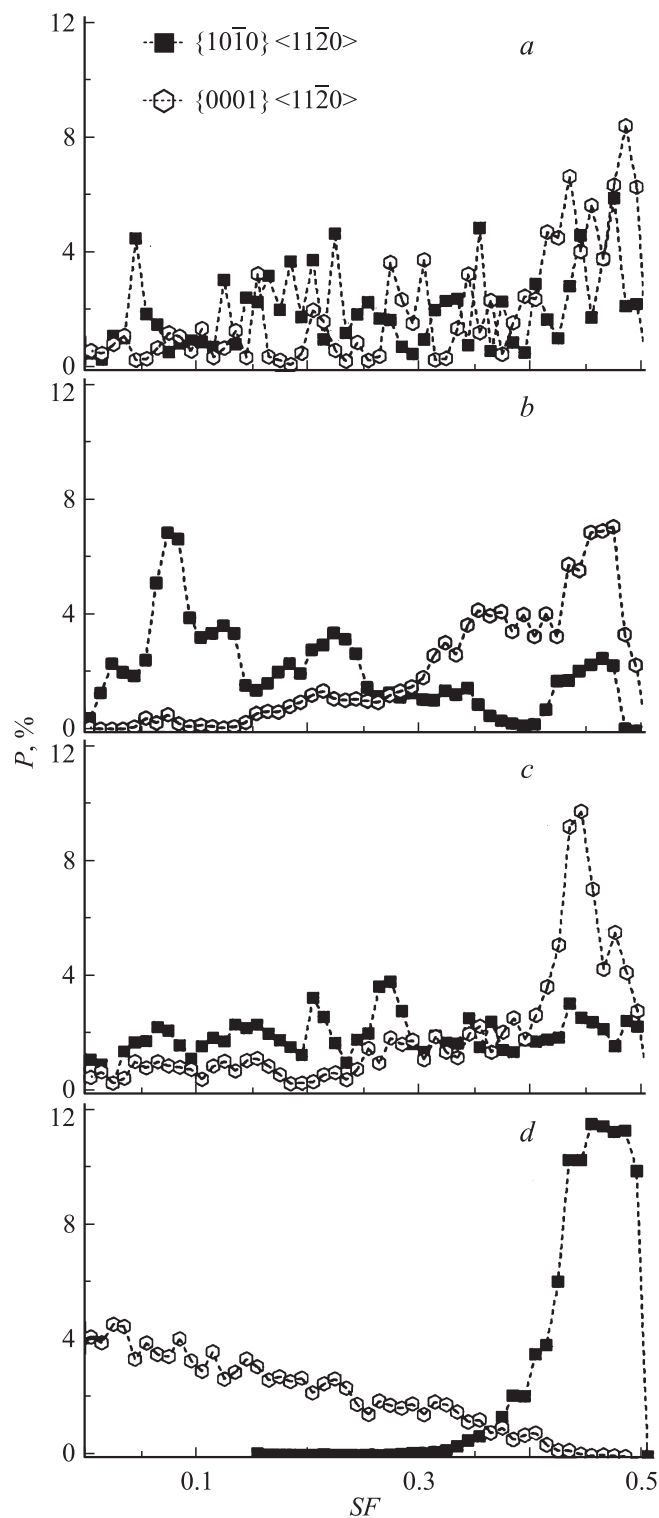


Рис. 2. Изменение распределения факторов Шмида для призматической и базисной плоскостей относительно (НР) в зависимости от степени локальной деформации ϵ : *a* — 0, *b* — 10, *c* — 20, *d* — 40% (*P* — доля зерен, *SF* — фактор Шмида).

По мере торможения сдвигов в основной системе благоприятным становится скольжение по вторичным системам. Из рис. 2, *c* следует, что такой системой сколь-

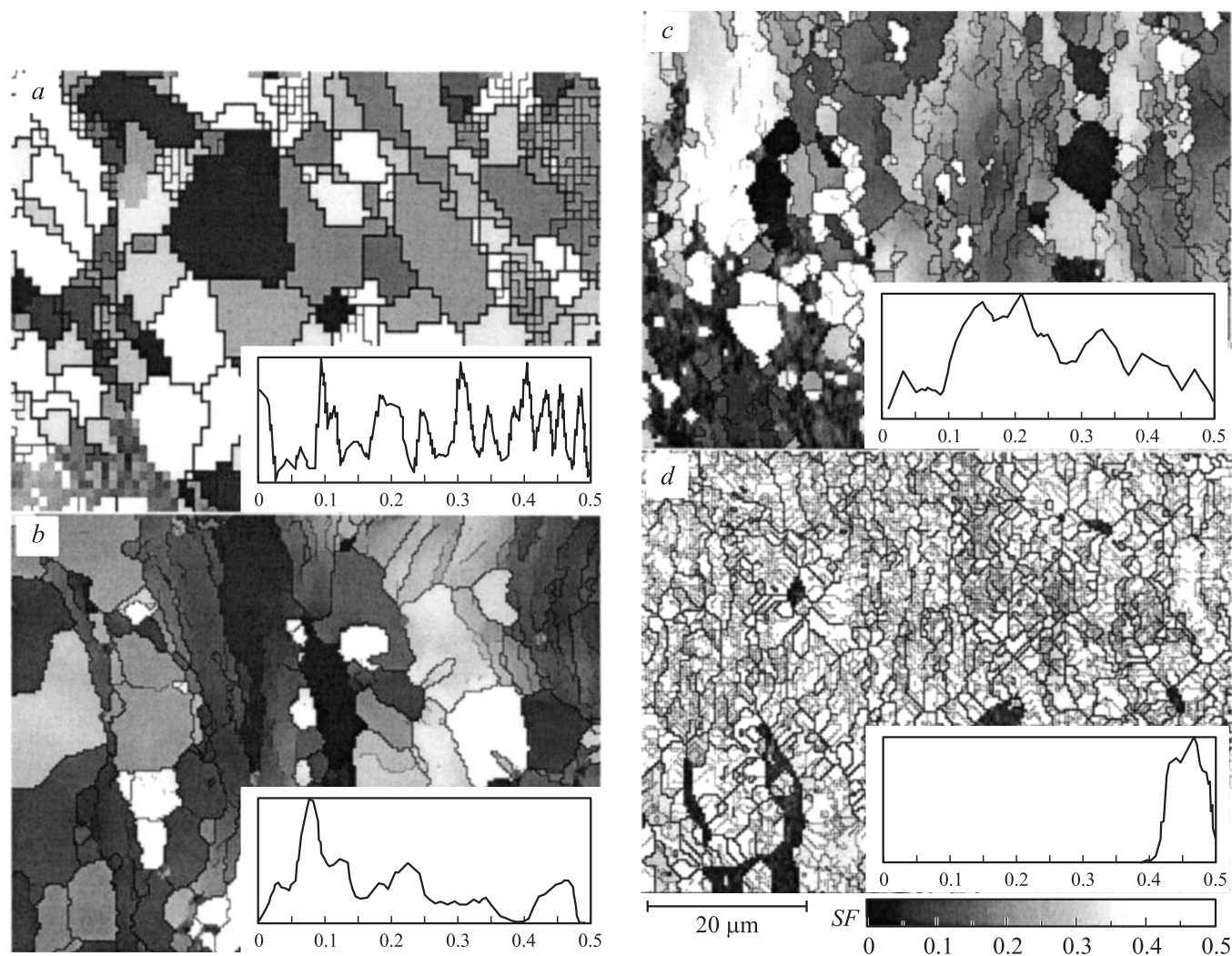


Рис. 3. EBSD-карты ориентаций для призматического скольжения при различных степенях локальной деформации e : a — 0, b — 10, c — 20, d — 40%. Во вставках приведены соответствующие распределения зерен по факторам Шмида SF .

жения может служить базисная система $\{0001\}\langle 1\bar{1}20\rangle$, для которой фактор Шмида повышается до 0.5. Это подтверждается анализом характера переориентации базисных нормалей в процессе формирования текстуры (рис. 2). Именно активизация базисного скольжения (в отсутствие двойникования) обеспечивает перераспределение полюсной плотности в центр ППФ $\{0001\}$ [4], при этом фактор Шмида для нее уменьшается от 0.5 до 0 (рис. 2, c): возникает упрочнение в базисной системе скольжения, последующий переход к призматическому скольжению с соответствующим изменением фактора Шмида до максимального значения. Для деформации в шейке характерно сокращение действующего набора систем скольжения, в результате чего материал имеет сильно выраженную текстуру.

Следует отметить, что возможность реализации вторичного базисного скольжения в α -Zr при низкотемпературной деформации до сих пор дискутируется. Так, достоверно установлено, что оно контролируется попе-

речным скольжением и реализуется при повышенных температурах либо в области концентраторов напряжений (вблизи выделений второй фазы, вершин двойников, границ зерен) [4,9]. Полученные в настоящей работе данные свидетельствуют о необходимости участия базисного скольжения в переориентации элементов структуры в ходе деформации сплава Zr–1%Nb, что согласуется с результатами работ [6,10,11], также подтверждающих активную роль базисного скольжения в развитии текстур деформации циркония и его сплавов.

Установлена взаимосвязь характера изменения кристаллографической ориентации зерен (субзерен) в очаге деформации и соответствующих преобразований текстуры с изменением микроструктуры материала. На рис. 3 можно наблюдать, как эволюционирует микроструктура сплава в очаге деформации. Так, увеличение числа систем скольжения в интервале деформаций 5–15% ($0.5 > n > 0.2$) способствует постепенному вовлечению в самосогласованную деформацию целых

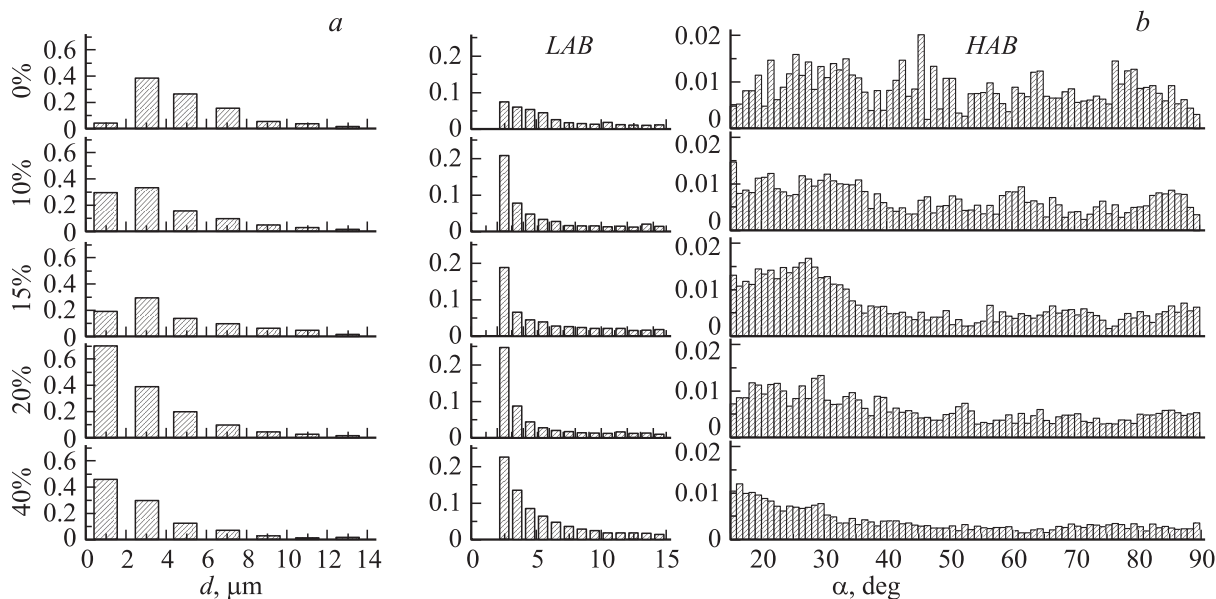


Рис. 4. Изменение параметров структуры от степени локальной деформации: *a* — гистограммы распределений зерен по размерам *b* — распределение границ по углам разориентации. (HAB — большеугловая граница (БУГ), LAB — малоугловая граница (МУГ)).

групп зерен (субзерен). Видно, что именно в области неустойчивости пластического течения происходит преобразование зеренной структуры: зерна разбиваются на анизотропные фрагменты, вытянутые вдоль оси растяжения, а далее происходят их закономерная переориентация и формирование значительных объемов материала с одинаковой или переменной ориентацией (рис. 3, *b, c*). Это подтверждается анализом гистограммы распределения элементов структуры по размерам (рис. 4, *a*). Так, интервал деформаций 5–15% характеризуется разбросом зерен (субзерен) по размерам, вытягиванием и укрупнением структурных элементов (рис. 3, *c*). Согласно данным электронной микроскопии [8], это является результатом атерматического процесса коалесценции субзерен вследствие рассыпания нестабильных деформационных границ. Можно полагать, что быстро протекающий при этом процесс перераспределения дислокаций обусловлен облегчением поперечного скольжения из призматических в пирамидальные и базисные плоскости благодаря не только благоприятной кристаллографической ориентации последних, но и снижению критического напряжения сдвига τ_{basal} в условиях высокой локальной плотности дислокаций (до $\rho \sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$) [12], которая формируется в исследуемом материале [8]. Дальнейшая деформация (от $\sim 20\%$ до разрушения) сопровождается повторным измельчением структуры (рис. 4, *a*).

Исследованы спектры разориентации границ, параметры и доля специальных границ, а также характер изменения распределения границ по осям разориентации, удельной и относительной доли протяженности границ с ростом степени деформации. Эволюция спектра разориентации в процессе деформации показана на рис. 4, *b*

и в таблице. Видно, что начальный этап пластического течения характеризуется массовым формированием малоугловых границ (МУГ), причем доминирующими являются разориентации меньше 5 преимущественно с осью разориентации $\langle 1000 \rangle$. В интервале неустойчивости деформации существенных изменений в области малоугловых разориентаций не наблюдается, однако происходит относительное увеличение доли границ с углами 15–30 а также формирование выраженных пиков около углов 20, 35, 50, 60 и 85. Растет доля специальных границ (см. таблицу), что свидетельствует о развитии процессов двойникования (в основном за счет роста фракций $\Sigma 7b$ и $\Sigma 11b$). Дальнейшее развитие деформации приводит к значительному увеличению содержания МУГ, а также сопровождается смещением центра тяжести распределения большеугловых разориентаций влево, что определяется существенным ростом доли большеугловой границы БУГ с разориентациями 15–30. Следует отметить, что преобладание границ 15 и 30 deg. после больших деформаций наблюдали также в структуре α -титана [13]. Что касается специальных границ, то на заключительном этапе деформирования от $\sim 20\%$ до разрушения их общая доля падает.

Таким образом, на начальном этапе пластического течения ($n \geq 0.5$), когда доминирует основное призматическое скольжение, происходит интенсивное формирование МУГ и образование фрагментированной структуры. На стадии неустойчивости пластического течения ($0.5 > n > 0.2$) в условиях активизации вторичных систем скольжения активного формирования новых субграниц не происходит, а наблюдается увеличение угла разориентации уже существующих. Это сопровождается

Влияние степени деформации на параметры и долю специальных границ

Обозначение (разориентация)	Примечание	Истинная деформация (e)				
		0 %	10 %	15 %	20 %	40 %
$\Sigma 7a(21.79 \text{ deg.} \langle 0001 \rangle)$		0	0.9	1.1	0.9	0.5
$\Sigma 7b(64.62 \text{ deg.} \langle 21\bar{3}0 \rangle)$	Двойникование $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}123 \rangle$	0.7	0.1	0.5	0.1	0.1
$\Sigma 11b(84.78 \text{ deg.} \langle 10\bar{1}0 \rangle)$	Двойникование $\{10\bar{1}2\} \langle 21\bar{3}3 \rangle$	0	1.1	3.9	0.3	0.1
$\Sigma 13a(27.80 \text{ deg.} \langle 0001 \rangle)$		0	0.4	0.5	0.6	0.2
$\Sigma 13b(57.42 \text{ deg.} \langle 10\bar{1}0 \rangle)$	Двойникование $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{2}136 \rangle$	0.2	0	0.1	0.1	0
$\Sigma 13c(76.66 \text{ deg.} \langle 21\bar{3}0 \rangle)$	Двойникование $\{11\bar{2}4\} \langle \bar{2}203 \rangle$	0	0.1	0.1	0	0.1
$\Sigma 17a(40.12 \text{ deg.} \langle 10\bar{1}0 \rangle)$		0	0.1	0.1	0	0
$\Sigma 17b(79.81 \text{ deg.} \langle 51\bar{6}0 \rangle)$		0	0	0	0.1	0.1
$\Sigma 19a(13.17 \text{ deg.} \langle 0001 \rangle)$		0	0.4	0.4	0.2	0.2
$\Sigma 19c(86.98 \text{ deg.} \langle 21\bar{3}0 \rangle)$	Двойникование $\{11\bar{2}3\} \langle \bar{1}102 \rangle$	0	0.1	0	0.3	0.1
	Общая доля, %	0.9	3.2	6.8	2.6	1.6

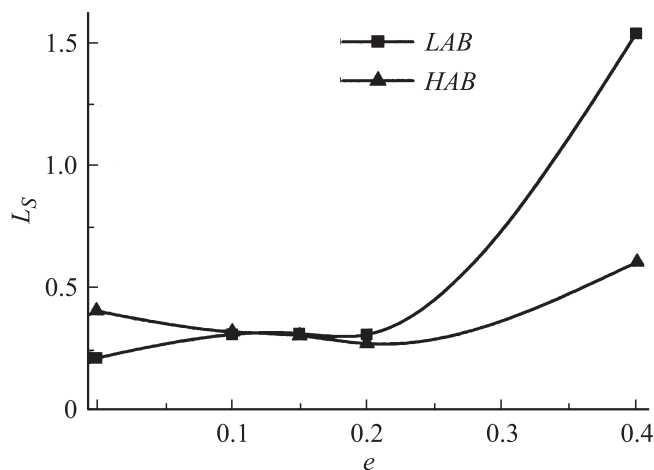


Рис. 5. Влияние деформации на удельную протяженность границ L_s .

замедлением роста количества МУГ, что приводит к „выполаживанию“ кривых зависимостей удельной протяженности МУГ и (БУГ) (рис. 5). Подобный ход зависимостей может свидетельствовать о том, что в данном интервале деформаций не только не происходит активного формирования новых субграниц, но и возможен процесс распада или аннигиляции уже существующих с последующей коалесценцией субзерен, сопровождающийся уходом дислокаций в ближайшие более стабильные границы, окаймляющие группы коалесцирующих субзерен [8]. Образующиеся БУГ с разориентациями 15–30 deg. ограничивают области с ориентационной однородностью (текстурные компоненты) и являются геометрически необходимыми границами [14].

Процесс формирования субструктуры в результате активного действия призматического скольжения ($n < 0.2$) сопровождается существенным измельчением фрагментированной структуры за счет образования новых границ деформационного происхождения, а увеличение угла разориентации уже существующих субграниц приводит к измельчению зеренной структуры. Важную роль при формировании новых границ играет двойникование.

Таким образом, колебательная неустойчивость в режиме „упрочнение–разупрочнение“, независимо от дислокационного сопровождается геометрическим упрочнением (разупрочнением) и определяется ориентацией различных плоскостей скольжения относительно оси нагружения, обеспечивающей увеличение или уменьшение действующих напряжений сдвига. При этом кристаллографические условия деформации, определяющие переменную активность систем легкого скольжения, обуславливают закономерности эволюции микроструктуры, что позволяет говорить о структурно-ориентационной неустойчивости пластического течения ГПУ-сплавов циркония.

Список литературы

- [1] Полетика Т.М., Нариманова Г.Н., Колосов С.В. // ЖТФ. 2006. Т. 76. Вып. 3. С. 44–49.
- [2] Полетика Т.М., Пшеничников А.П. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 3. С. 54–58.
- [3] Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Пшеничников А.П. // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. Вып. 7. С. 31–37.
- [4] Tenckhoff E. // J. ASTM Int. 2005. Vol. 2. N 4. P. 25–49.
- [5] McCabe R.J., Cerreta E.K., Misra A. et al. // Philos. Mag. A. 2007. Vol. 86. P. 3595–3611.

- [6] *Xu F., Holt R.A., Daymond M.R.* // *Acta Mater.* 2008. Vol. 56. P. 3672–3687.
- [7] *Вишняков Я.Д., Бабарэко А.А., Владимиров С.А., Эгиз И.В.* Теория образования текстур в металлах и сплавах. М.: Наука, 1979. 342 с.
- [8] *Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Пшеничников А.П.* // *ЖТФ.* 2011. Т. 81. Вып. 5. С. 59–64.
- [9] *Akhtar A.* // *Acta Metall.* 1973. Vol. 21. P. 7–11.
- [10] *Perlovich Y., Isaenkova M., Fesenko V.* et al. // *Mater. Sci. Forum.* 2005. P. 859–864.
- [11] *Yapici G.G., Tomé C.N., Beyetlein I.J.* // *Acta Mater.* 2009. Vol. 57. P. 4855–4865.
- [12] *Hutchinson W.B., Barnett M.R.* // *Scripta Mater.* 2010. Vol. 63. P. 737–740.
- [13] *Миронов С.Ю., Мышляев М.М.* // *ФТГ.* 2007. Т. 49. Вып. 5. С. 815–821.
- [14] *Haghes D.A., Hansen N.* // *Acta Mater.* 2000. Vol. 48. P. 2985–3004.