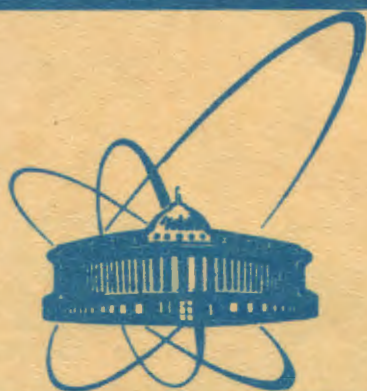


82-265



сообщения
Объединенного
института
ядерных
исследований
Дубна

3534/82

2/viii-82

P14-82-265



В.Матц*, К.Фельдманн

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА
РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕДНЫХ СТЕРЖНЕЙ
С ПОМОЩЬЮ ДИФРАКЦИИ НЕЙТРОНОВ
НА ИМПУЛЬСНОМ РЕАКТОРЕ

* Центральный институт ядерных исследований
АН ГДР, Россендорф.

1982

ВВЕДЕНИЕ

Процесс первичной рекристаллизации характеризуется образованием зерен с относительно малой плотностью дислокаций в сильно деформированном поликристалле при его термической обработке, вследствие которой происходит изменение преимущественной ориентации зерен. Поскольку в большинстве технологических процессов используется термомеханическая обработка, то изучение образования текстуры рекристаллизации имеет большое значение для понимания свойств материалов. Знание : текстуры отжига, процессов ее развития и возможностей влияния на это развитие может дать вклад в решение проблемы получения материалов с заданным комплексом свойств.

До сих пор нет единых модельных представлений о ходе микроскопических процессов рекристаллизации. В основном имеется две группы моделей, описывающих образование текстуры в процессе рекристаллизации /2,3/ :

- текстурообразование вследствие возникновения зародышей с определенной кристаллографической ориентацией /ориентированное зарождение/,

- текстурообразование вследствие быстрого роста зерен специальной ориентировки /избирательный рост/.

Экспериментальные результаты по изучению текстуры рекристаллизации в металлах и сплавах описываются одной из этих двух моделей в модифицированном виде, а проблема описания процессов рекристаллизации на микроскопическом уровне на основе единых представлений до сих пор не решена.

В эксперименте процесс образования текстуры рекристаллизации исследуется путем определения дифракционными методами текстуры материала до и после его термической обработки. Нам представляется эффективным вариант эксперимента, в котором наблюдаются интенсивности брэгговских рефлексов в процессе рекристаллизационного отжига. Проведение такого эксперимента с использованием рентгеновской дифракционной техники связано со значительными трудностями, т.к. образцы отжигаются в течение разного времени и их состояние после отжига фиксируется закалкой /4/. Как недостаток такой методики следует отметить не вполне ясную роль закалки отожженного материала.

В настоящей работе показана возможность измерения текстуры в процессе отжига с помощью дифракции нейтронов по времени

пролета. Этот метод в значительной степени свободен от трудностей и недостатков, присущих описанному выше методу рентгеновского исследования процесса рекристаллизации.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Метод дифракции нейтронов по времени пролета дает возможность при постоянном угле рассеяния одновременно измерить все брэгговские отражения, структурные факторы которых отличны от нуля. Спектр, измеренный по времени пролета, эквивалентен по информации обращенной полюсной фигуре, соответствующей положению образца относительно вектора рассеяния $^{\prime}5^{\prime}$. При исследовании образца с осевой симметрией по текстуре обращенная полюсная фигура симметричной оси содержит полную информацию о текстуре.

В качестве образца для экспериментов использовались медные стержни диаметром 5 мм, полученные из стержней диаметром 25 мм методом холодной протяжки. Степень деформации составила $\eta=96\%$. Использовался материал технической чистоты 99,5%.

Скорость рекристаллизации конкретного образца сильно зависит от температуры, чистоты, вида загрязнений, степени и типа деформации. Простейший способ определения температуры рекристаллизации - измерение микротвердости в зависимости от температуры отжига при постоянном времени термической обработки. Доля материала, в котором прошла рекристаллизация, линейно зависит от изменения микротвердости $^{\prime}6^{\prime}$. Для того, чтобы в эксперименте по дифракции нейтронов получить достаточную статистику, необходимо время измерения ~ 2 часа на один спектр, поэтому была найдена такая температура, при которой процесс рекристаллизации прошел за 35 часов. На рис.1 показано изменение микротвердости HV1 в зависимости от температуры. Звездочкой отмечена микротвердость деформированного материала, исследованного при комнатной температуре.

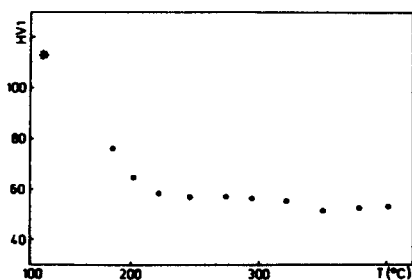


Рис.1. Измеренная микротвердость HV1 в зависимости от температуры отжига для медного стержня со степенью деформации $\eta=96\%$. Время отжига - 35 часов.

Полное смягчение образца, т.е. завершение процесса первичной рекристаллизации, наблюдается при температуре $200^{\circ}\text{C} \pm 220^{\circ}\text{C}$.

Нейтронная дифракция по времени пролета проводилась на тридцатиметровой базе импульсного реактора ИБР-30^{1/1}. Образец был собран из 12 стержней сечением $6 \times 8 \text{ см}^2$. Измерения выполнялись под углом рассеяния $2\theta = 90^{\circ}$, а оси стержней были направлены по биссектрисе падающего и рассеянного пучков нейтронов. Температура на образце составила 225°C , и ее стабильность поддерживалась с помощью специальной камеры, состоящей из трех изолированных друг от друга алюминиевых сосудов, нагреватель находился во внешнем сосуде. Стабильность температуры контролировалась термопарой Ni/Cr-Ni и составила $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ в течение 24 часов.

После измерения дифракционного спектра образца в исходном состоянии он нагревался до температуры 225°C , и спустя 2 часа снимались дифракционные спектры. Кроме этого, было проведено

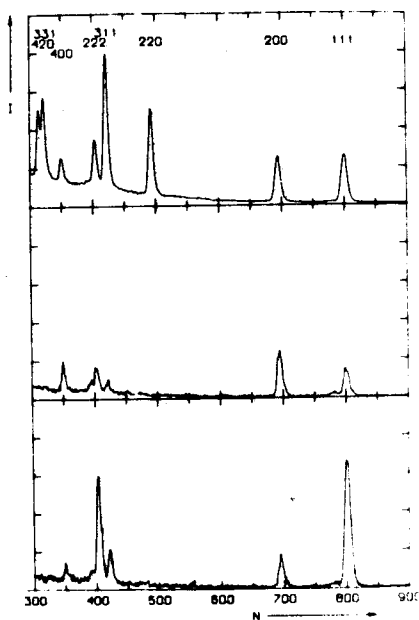


Рис. 2. Ненормированные дифракционные спектры, измеренные по времени пролета. Снизу вверх: медные стержни в холодное деформированном состоянии; медные стержни после рекристаллизации; порошок меди /образец без текстуры/.

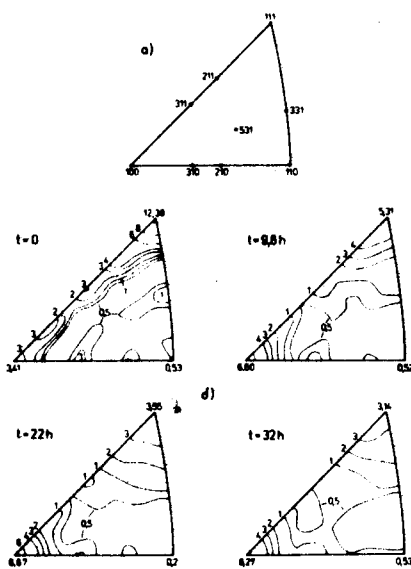


Рис. 3. Обращенные полюсные фигуры для медных стержней для разных времен рекристаллизованного отжига t /в часах/ при 225°C . Верхняя фигура показывает положение отдельных плоскостей решетки в стереографической проекции.

измерение дифракции нейтронов на порошке меди как на образце без текстуры. На рис.2 показаны спектры, полученные до и после рекристаллизации, а также при использовании в качестве образца медного порошка.

Для сравнения проведены текстурные исследования таких же образцов при различных степенях рекристаллизации на стационарном реакторе ЦИЯИ АН ГДР с помощью обычного метода по углу рассеяния. Измерены полюсные фигуры брэгговских отражений /111/, /200/ и /220/ при комнатной температуре. Вычисленные из этих экспериментальных данных обращенные полюсные фигуры для оси стержней и различных времен отжига показаны на рис.3.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Текстура деформации исследуемого образца состоит из двух компонент, $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ /см. рис.3/. Измерения по времени пролета для исходного состояния образца подтверждают этот вывод. Интенсивность отражений /111/ и /200/ сильно увеличивается, а отражение /220/ имеет интенсивность, практически равную нулю. Изменения относительной интенсивности отражений /111/ и /200/ в разных спектрах указывают на изменение текстуры в процессе отжига. Ход интегральных интенсивностей отражений /111/; /200/; /311/ и /422/, отнормированных на интенсивности соответствующих отражений от порошка, в зависимости от времени отжига показан на рис.4. Интенсивности всех отражений плавно меняются в течение первичной рекристаллизации, причем большинство зерен переходит из ориентации /111/, параллельной оси стержней, в ориентацию /100/. При этом наблюдается уменьшение рассеяния полюсной плотности вокруг точки /100/ в обращенной полюсной фигуре, т.к. интенсивность точек /311/ и /211/, лежащих на линии связи между направлениями /111/ и /100/ /см. рис.3/, уменьшается. Ход кривых изменения интенсивности отражений /111/ и /200/ в процессе отжига соответствует поведению полюсной плотности /111/ и /100/ в обращенных полюсных фигурах, изображенных на рис.3.

Можно сделать вывод, что текстура деформации и текстура рекристаллизации медных стержней состоят из компонентов $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$. В процессе рекристаллизации меняется только относительная доля этих компонентов ^{17/}.

Результаты показывают принципиальную возможность исследовать методом нейтронной дифракции по времени пролета изменение текстуры в процессе первичной рекристаллизации. В настоящее время интенсивность нейтронного источника и разрешающая способность спектрометра недостаточны для построения обращенных полюсных фигур ^{18/}. Поэтому представляется целесообразным

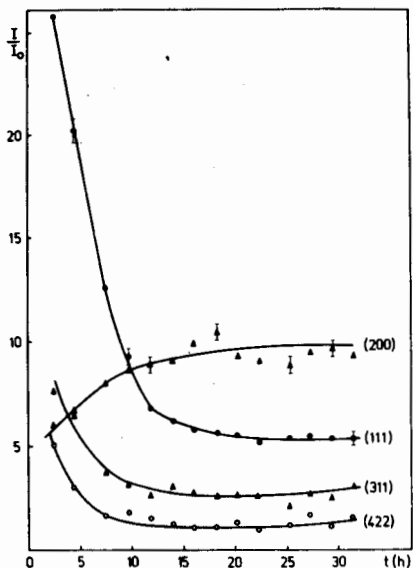


Рис. 4. Изменение интенсивности брэгговских отражений в ходе рекристаллизационного отжига, отнормированной на интенсивность порошковой диаграммы.

при исследовании процесса рекристаллизации использовать как обычный метод двухосного спектрометра, так и дифракцию по времени пролета. С помощью первого метода будет проводиться анализ текстуры исходного и конечного состояний образца, в то время как дифракция по времени пролета даст возможность исследовать поведение главных текстурных компонент непосредственно в процессе рекристаллизации. Последнее обстоятельство позволит улуч-

шать модельные представления о микроскопических процессах при формировании текстуры рекристаллизации /2,9/.

В реальных условиях термомеханической обработки технических материалов процесс рекристаллизации проходит в течение нескольких минут /до часа/ и при значительно более высоких температурах. Пока нет точных представлений о том, как условия термической обработки влияют на микроскопические процессы при рекристаллизации, поэтому желательно уменьшить время измерения одного спектра, чтобы реализовать случай, сравнимый по условиям с реальным технологическим процессом.

Оценки интенсивности, полученные на основе проведенных в настоящей работе измерений и данных с ИБР-2, показывают, что созданный спектрометр НСВР позволит снизить время измерения одной дифрактограммы до 3-10 минут. Таким образом, будет возможным изучение процесса первичной рекристаллизации за время 1-2 часа, что более соответствует реальным временам в современной технологии материалов.

Авторы благодарны проф. К.Хеннигу за поддержку настоящих исследований, д-ру М.Бетцелю и д-ру Д.Шлеферу за помощь при проведении отдельных экспериментов, Е.А.Горемычкину за критическое обсуждение работы.

В.Матц выражает благодарность дирекции ЛНФ ОИЯИ за гостеприимство и возможность проведения экспериментов на импульсном реакторе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Айххорн Ф. и др. ОИЯИ, 18-12217, Дубна, 1979.
2. Slakhorst J.W.G.H. Thesis, Twente University, Enschede, 1977.
3. Gottstein G. In: Proc. V.Int.Conf.Textures of Materials, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1978, vol.1, p. 93.
4. Huber J., Hatherly M. Z.Metallkde, 1980, 71, p. 15.
5. Андреефф А. и др. ОИЯИ, P14-12690, Дубна, 1979.
6. Kiyoshige M. et al. Z.Metallkde, 1978, 69, p. 564.
7. Wassermann G., Grewen J. Texturen metallischer Werkstoffe, Springer-Verlag, Berlin, 1962.
8. Matz W. et al. ZfK-435, Rossendorf, 1981.
9. Новиков В.Ю. В кн.: Ш Всесоюзная конференция по текстурам и рекристаллизации в металлах и сплавах, тезисы докладов; Красноярск, 1980, с. 120.

Рукопись поступила в издательский отдел
7 апреля 1982 года.