

**Константин Юрьевич Карамышев^{1*}, Татьяна Игоревна Чашухина¹,
Людмила Мееровна Воронова¹, Михаил Васильевич Дегтярев¹, Наталья
Николаевна Реснина²**

¹Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

²Санкт -Петербургский государственный университет, г. Санкт –Петербург, Россия

* *karamyshev.imp@mail.ru*

ПРИМЕНЕНИЕ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ К ИССЛЕДОВАНИЮ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ В НИКЕЛЕ, ДЕФОРМИРОВАННОМ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ ПРИ 20 И 150 °С.

Проведены совместные калориметрическое и структурное исследования никеля, деформированного при 20 и 150 °С методом сдвиг под давлением. Количество пиков на ДСК кривой зависит от температуры деформации. После деформации при 20 °С ДСК кривая СМК никеля имеет один пик, связанный с низкотемпературной рекристаллизацией. После деформации при 150 °С появляется второй пик при более высокой температуре, обусловленный первичной рекристаллизацией по механизму зарождения и роста. Показало влияние динамической рекристаллизации на последующую статическую рекристаллизацию СМК никеля.

Ключевые слова: никель, сдвиг под давлением, структура, рекристаллизация, ДСК-анализ

***Konstantin Yu. Karamyshev, Tatyana I. Chachukhina, Ludmila M. Voronova,
Michail V. Degtyarev, Natalya N. Resnina***

APPLICATION OF DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY TO THE STUDY OF RELAXATION PROCESSES IN NICKEL DEFORMED BY HIGH- PRESSURE TORSION AT 20 AND 150 °C.

Complementary calorimetric and structural studies of nickel deformed at 20 and 150 °C by the shear under pressure were carried out. The number of peaks on the DSC curve depends on the deformation temperature. After deformation at 20 °C, the DSC curve of SMC nickel has one peak associated with low-temperature recrystallization. After deformation at 150 °C, a second peak appears at a higher temperature due to primary recrystallization by the nucleation and growth mechanism. It showed the influence of dynamic recrystallization on the subsequent static recrystallization of SMC nickel.

Key words: nickel, shear under pressure, structure, recrystallization, DSC analysis.

Важной особенностью субмикроструктурной (СМК) структуры, образованной в металлах и сплавах при деформации сдвигом под давлением

(СПД), является способность рекристаллизоваться при температуре ниже, чем после умеренной деформации. Это связано с образованием при СПД готовых центров рекристаллизации, которыми выступают микрокристаллиты [1]. При отжиге СМК структура переходит к равновесному состоянию по одному из двух сценариев: рост отдельных центров [2] или одновременное совершенствование границ и формы микрокристаллитов [3]. В полученной при 20 °С СМК структуре Ni рекристаллизация проходит по первому сценарию, и еще до завершения первичной рекристаллизации размер отдельных зерен превышает 1 мкм, что не позволяет получить структуру с зерном субмикронного размера [2].

Основными путями повышения термической стабильности СМК структуры являются снижение запасенной энергии деформации, повышение плотности центров рекристаллизации, снижение подвижности границ [4]. Снижению запасенной энергии способствует развитие динамического возврата и динамической рекристаллизации (ДР), для этого требуется деформация при повышенных температурах. Однако ДР может привести и к снижению термической стабильности за счет неоднородного распределения дефектов (создание градиента плотности дислокаций в соседних объемах материала). Рост плотности центров рекристаллизации обеспечивает повышение стабильности вследствие быстрого столкновения растущих зерен, что позволяет получить более дисперсную структуру. Плотность центров можно увеличить путем формирования СМК структуры и измельчением образующих ее микрокристаллитов при увеличении деформации [3]. В Ni измельчению микрокристаллитов препятствует динамический возврат. В [5] показано, что в ходе деформации Ni при $T < 150$ °С реализуется динамический возврат, а при 150 °С и выше – ДР.

Важным фактором также является температура отжига после деформации. Статическая рекристаллизация может как уменьшить, так и усилить неоднородность в распределении зерен по размеру, возникшую в результате ДР. Очевидно, первыми растут свежееобразованные зерна, которые еще не подверглись деформации в ходе ДР, при этом неоднородность структуры усиливается. Однако если температура отжига будет соответствовать температуре термоактивированного зарождения, то возможно повышение плотности центров, способных к росту. Это позволит получить более однородную по размеру структуру [6]. Таким образом, стабильность рекристаллизованной субмикрозернистой структуры связана с температурой деформации, при которой сформирована СМК структура, и температурой последующего отжига.

Методом определения температур протекания релаксационных процессов служит дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Поэтому целью данной работы является определение процессов, соответствующих температурным интервалам теплопоглощения на ДСК кривой, при нагреве Ni, деформированного СПД при 20 и 150 °С.

В качестве материала исследования выбран монокристаллический Ni. Деформацию проводили методом СПД при 8 ГПа. Угол поворота наковальни

(ϕ) варьировали от 15° до $7 \times 360^\circ$. Истинную деформацию (e) рассчитывали по формуле, приведенной в [5]. Для ДСК исследования использовали прибор METTLER TOLEDO 822e при скорости нагрева 50 град./мин. Сначала в ходе полного цикла нагрева образцов фиксировали пики теплопоглощения, затем при дополнительном исследовании нагрев деформированных образцов в калориметре останавливали при определенных температурах. При ДСК истинную деформацию каждого образца определяли, как среднюю по его площади. Структуру исследовали методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии на приборах JEOL JEM 200CX, Philips QUANTA 200 соответственно.

В ходе нагрева образцов на ДСК кривой наблюдается два пика теплопоглощения после деформации при 150°C и преимущественно один пик после деформации при 20°C (за исключением малых деформаций $e=1.3$, $\phi=15^\circ$). Исследование структуры деформированного никеля, показало, что при $e \geq 1.3$ в структуре присутствуют микрокристаллиты [2]. Пик T_0 в интервале температур $80\text{--}220^\circ\text{C}$ (рис.1, а), найденный только после малой деформации при 20°C , связан с развитием возврата при нагреве [7]. В интервале $200\text{--}360^\circ\text{C}$ наблюдается пик (T_1 на рис. 1, а, б), который соответствует росту готовых зародышей (микрокристаллитов). Сужение этого пика с повышением истинной деформации связано с увеличением доли микрокристаллитов в структуре. При нагреве образцов после горячей деформации наблюдается еще один пик (T_2 на рис. 1, б) при более высокой температуре. По-видимому, этот пик соответствует рекристаллизации по механизму термоактивированного зарождения и роста новых зерен. После деформации с $e=8.8$ температуры двух пиков сближаются.

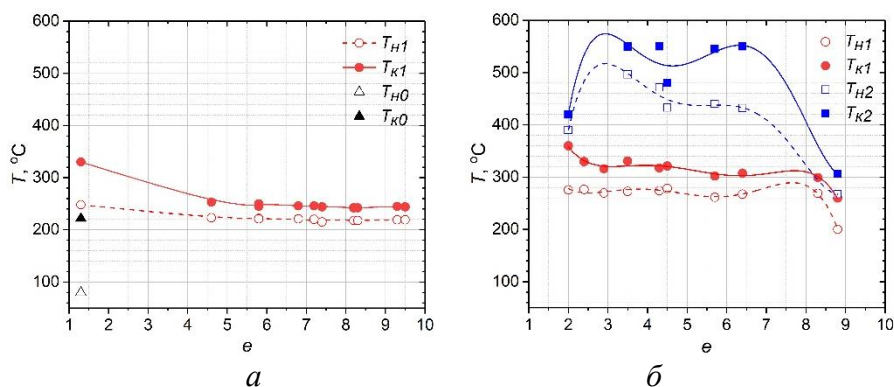


Рис. 1. Интервалы тепловыделения, зафиксированные в результате ДСК анализа никеля, деформированного СПД
а – 20°C ; б – 150°C

Структура никеля, деформированного при 20°C с $e=7.4$ (СМК) и нагретого в калориметре, представлена на (рис. 2, а, б). На рис. 2, а показана структура после нагрева только до 230°C (T_1), а на рис. 2, б - после полного цикла ДСК. Видно, что при нагреве до температуры T_1 рекристаллизация завершилась. Отжиг в результате полного цикла ДСК привел к 2-кратному росту зерна от 7 до 15 мкм и увеличению доли двойников отжига.

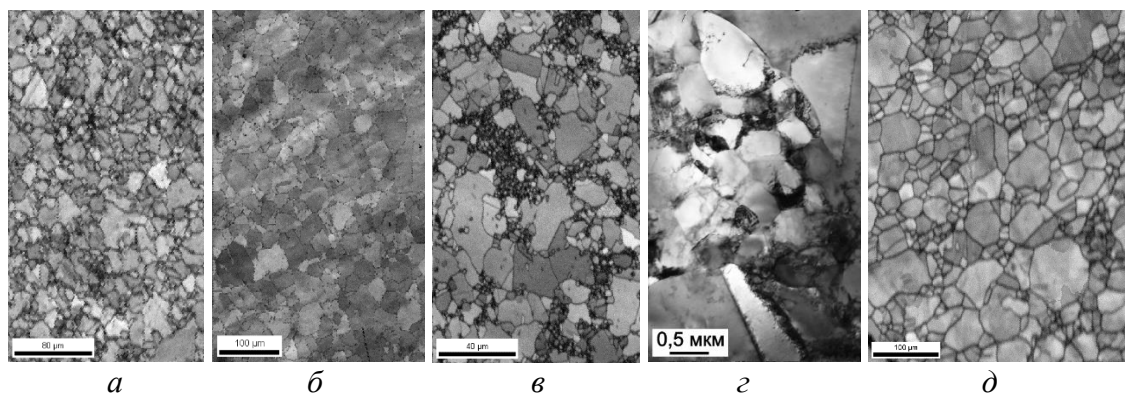


Рис. 2. Микроструктура никеля, деформированного СПД после нагрева в калориметре:
а, б – при 20°C; *в-д* – 150°C:
а – $\epsilon=7.4$ $T_{ост}=230^\circ\text{C}$; *б* – $\epsilon=7.4$ полный ДСК; *в, з* – $\epsilon=6.4$ $T_{ост}=280^\circ\text{C}$; *д* – $\epsilon=6.4$ $T_{ост}=520^\circ\text{C}$

Результаты аналогичного исследования Ni, деформированного с $\epsilon=6.4$ при 150 °C (нагревы в калориметре до T1 и T2) приведены на рис. 2, *в-д*. После нагрева до T1 статическая рекристаллизация не завершилась: присутствуют зерна, сформировавшиеся при ДР (рис. 2, *в, з*), которые хорошо выявляются по присутствию в них дислокаций и субграниц. Нагрев до T2 приводит к завершению статической рекристаллизации (средний размер зерна 18 мкм). Таким образом, исследования структуры подтвердили предположение, что пик T1 на ДСК кривой связан с низкотемпературной рекристаллизацией, а пик T2 с первичной рекристаллизацией по механизму зарождения и роста. ДСК исследование показало влияние ДР на статическую рекристаллизацию СМК никеля.

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Давление», № 122021000032-5).

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Смирнова Н. А. Особенности низкотемпературной рекристаллизации никеля и меди / Н. А. Смирнова [и др.] // ФММ. 1986. Т. 62. Вып.3. С. 566-570.
2. Voronova L. M. Effect of dynamic recovery on structure formation in nickel upon high-pressure torsion and subsequent annealing / L. M. Voronova [et al.] // Materials Science and Engineering A. 2015. V. 639. P. 155–164. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.084>
3. Воронова Л. М. Рекристаллизация ультрадисперсной структуры чистого железа, сформированной на разных стадиях деформационного наклепа / Л. М. Воронова, М. В. Дегтярев, Т. И. Чашухина // ФММ. 2007. Т. 104. С. 275-286.
4. Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов. / С. С. Горелик, С. В. Добаткин, Л. М. Капуткина. М.: Изд-во МИСиС, 2005. 431 с
5. Карамышев К. Ю. Температурно-скоростные условия деформации и структурообразующие процессы в никеле при сдвиге под давлением / К. Ю.

- Карамышев [и др.] // ФММ. 2023. Т. 124, № 1. С. 106-113.
<https://doi.org/10.31857/S0015323022601234>
6. Красноперова Ю. Г. Влияние температуры отжига на рекристаллизацию никеля с ультрадисперсной структурой различного типа / Ю. Г. Красноперова [и др.] // Физика металлов и металловедение. 216. Т. 117. С. 1-9. <https://doi.org/10.7868/S0015323016030074>
 7. Clarebrough M. E. The influence of impurities on the annealing of nickel after cold work / M. E. Clarebrough [et al.] // ActaMetall. 1960 V. 8 P. 797–803.

REFERENCES

1. Smirnova N. A. Peculiarities of low-temperature recrystallization of nickel and copper / N. A. Smirnova [et al.] // Fizika Metallov i Metallovedenie, 1986, V. 62 (3). P. 566–570.
2. Voronova L. M. Effect of dynamic recovery on structure formation in nickel upon high-pressure torsion and subsequent annealing/ L. M. Voronova [et al.] // Materials Science and Engineering A. 2015. V. 639. P. 155–164. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.084>
3. Voronova L. M. Recrystallization of the ultradispersed structure of pure iron formed at different stages of the deformation-induced strain hardening / L. M. Voronova, M. V. Degtyarev, T. I. Chashchukhina // The Physics of Metals and Metallography. 2007. V. 104 (3). P. 262-273. DOI: 10.1134/S0031918X07090086
4. Gorelik S. S. Recrystallization of metals and alloys. / S. S. Gorelik, S. V. Dobatkin, L. M. Kaputkina. MISiS. 2005. 431 p.
5. Karamyshev K. Yu. Temperature-Rate Conditions of Deformation and Structure-Forming Processes in Nickel during High-Pressure Torsion / K. Yu. Karamyshev [et al.] // Physics of Metals and Metallography. 2023. V. 124. P. 101—108. <https://doi.org/10.1134/s0031918x22601391>
6. Krasnoperova Yu. G. Effect of Annealing Temperature on the Recrystallization of Nickel with Different Ultradisperse Structures / Yu. G. Krasnoperova [et al.] // The Physics of Metals and Metallography. 2016. V. 117 (3). P. 267-274. <https://doi.org/10.7868/S0015323016030074>
7. Clarebrough M. E. The influence of impurities on the annealing of nickel after cold work /M. E. Clarebrough [et al.] // ActaMetall. 1960. V. 8. P. 797–803.