07,01

Анализ изменения диффузионных свойств неравновесных границ зерен при рекристаллизации и сверхпластической деформации субмикрокристаллических металлов и сплавов

© В.Н. Чувильдеев¹, А.В. Нохрин^{1,¶}, О.Э. Пирожникова¹, М.Ю. Грязнов¹, Ю.Г. Лопатин¹, М.М. Мышляев^{2,3}, В.И. Копылов^{1,4}

¹ Научно-исследовательский физико-технический институт

Национального исследовательского Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

² Институт физики твердого тела РАН,

Черноголовка, Россия

³ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,

Москва, Россия

⁴ Физико-технический институт НАН Беларуси,

Минск, Беларусь

[¶] E-mail: nokhrin@nifti.unn.ru

(Поступила в Редакцию 21 ноября 2016 г. В окончательной редакции 14 февраля 2017 г.)

> Описаны результаты исследований эффекта повышения коэффициента зернограничной диффузии при рекристаллизации и сверхпластической деформации субмикрокристаллических (СМК) материалов, полученных методами интенсивного пластического деформирования. Показано, что коэффициент зернограничной диффузии СМК-материалов зависит от интенсивности потока решеточных дислокаций, величина которого пропорциональна скорости миграции границ зерен при отжиге СМК-металлов или скорости внутризеренной деформации в условиях сверхпластической деформации СМК-сплавов. Установлено, что при высокой скорости миграции границ зерен или повышенных скоростей сверхпластической деформации интенсивность потока решеточных дислокаций, бомбардирующих границы зерен СМК-материала, превосходит интенсивность их диффузионной аккомодации, что приводит к увеличению коэффициента зернограничной диффузии и снижению энергии активации. Результаты численных расчетов сопоставлены с экспериментальными данными. Показано их хорошее согласие.

> Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 15-03-08969, 15-08-09298) и частичной поддержке Министерства образования и науки РФ (проект № 2014/134 в рамках государственного задания вузам).

DOI: 10.21883/FTT.2017.08.44759.420

1. Введение

В работах [1–3] было показано, что в процессе дорекристаллизационного отжига субмикрокристаллических (СМК) металлов, полученных методами интенсивного пластического деформирования, наблюдается возврат диффузионных свойств неравновесных границ зерен (НГЗ): увеличение энергии активации Q_h^* и уменьшение коэффициента зернограничной диффузии D_b^* от значений, характерных для неравновесных границ зерен и в некоторых случаях близких к параметрам расплава $(D_h^* \approx D_L, Q_h^* \approx Q_L)$, до равновесных значений $(D_b^* \approx D_b, Q_b^* \approx Q_b)$. Скорость процесса возврата диффузионных свойств неравновесных границ зерен СМК-металлов контролируется кинетикой процесса делокализации дислокаций ориентационного несоответствия (ДОН) в границах зерен, а в более крупнозернистых материалах — кинетикой процесса диффузионного "ухода" скользящих компонент делокализованных дислокаций [1-3].

В соответствии с этим следовало бы ожидать, что диффузионные свойства границ зерен СМК-металлов при температурах отжига выше температуры начала рекристаллизации будут соответствовать диффузионным свойствам равновесных границ зерен. Тем не менее анализ экспериментальных данных по исследованию процессов миграции границ зерен при отжиге СМК-сплавов [4–9], а также процессов сверхпластической деформации СМК-металлов при повышенных температурах [10,11] показывает, что диффузионные свойства границ зерен в некоторых случаях весьма значительно отличаются от равновесных. Следует также отметить ряд работ, в которых наблюдалась немонотонная зависимость коэффициента зернограничной диффузии D_b и энергии активации Q_b от температуры нагрева [4,6,8,12–14].

Непостоянство значений энергии активации Q_b также было обнаружено при анализе экспериментальных результатов исследования процессов ползучести [15], сверхпластичности [16,17] и внутреннего трения [18,19].

Причины такого поведения остаются неясными и, по мнению некоторых авторов, связаны с влиянием процесса миграции границ зерен на их диффузионные свойства при отжиге СМК-материалов [20].

Параметр		Единицы	Значение	
Tapano Ip		измерения	Cu	Al
Вектор Бюргерса	b	m	$2.56\cdot 10^{-10}$	$2.86\cdot10^{-10}$
Атомный объем	Ω	m ³	$1.18 \cdot 10^{-29}$	$1.66 \cdot 10^{-29}$
Характерный размер зерна	d	b	$2 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^3$
Ширина границы зерна	δ	b	2	
Модуль сдвига	G	GPa	43.6	25
Температура плавления	T_m	K	1356	933
Отношение $\lambda \rho b^3 / kT_m$	$\lambda ho b^3/kT_m$	_	1.15	1.96
Скачок объема при плавлении	Δv_m	-	$5 \cdot 10^{-2}$	
Энтальпия поверхности жидкость-кристалл	$\gamma_{S/L}^0 b^2/kT_m$		0.900	1.160
Энтропия поверхности жидкость-кристалл	$S_{S/L}b^2/k$	_	0.767	0.920
Относительный свободный объем границ зерен	α	—	0.36	0.38
Критический свободный объем границ зерен	$lpha^*$	-	0.	50
Избыточный свободный объем границ зерен	$\Delta \alpha$	- 0.001, 01		
Свободная энергия границы зерна	$\gamma_b b^2/kT_m$	_	1.93	2.125
Свободная (поверхностная) энергия "сухих" участков границы	$\gamma_0 b^2/kT_m$	—	1.95	1.50
Энтальпия границы зерна	$\gamma_b^0 b^2/kT_m$	—	4.32	4.98
Энтропия границы зерна	$S_b b^2/k$	—	2.30	2.76
Предэкспоненциальный множитель коэффициента зернограничной диффузии	δD_{b0}	m ³ /s	$5.0 \cdot 10^{-15}$	$5.0 \cdot 10^{-14}$
Энергия активации зернограничной самодиффузии	Q_b	kT_m	9.2	10.8
Предэкспоненциальный множитель коэффициента диффузии в расплаве	D_{L0}	m ² /s	$14.6 \cdot 10^{-8}$	$14.9 \cdot 10^{-8}$
Энергия активации диффузии в расплаве	Q_L	kT_m	3.6	3.8

Таблица 1. Значения параметров, используемых для расчетов [3,22,23]

Целью настоящей работы является построение модели, описывающей зависимость параметров зернограничной диффузии от температурно-временных условий рекристаллизационного отжига и температурно-скоростных условий сверхпластической деформации СМК-материалов.

Эффект повышения коэффициента зернограничной диффузии при миграции границ

2.1. Описание модели. В соответствии с представлениями [3,21] энергия активации Q_b^* и коэффициент зернограничной диффузии D_b^* зависят от степени неравновесности границ зерен, которая определяется плотностью внесенных в границы дефектов: дислокаций ориентационного несоответствия с вектором Бюргерса Δb и плотностью ρ_b и скользящих компонент делокализованных дислокаций с плотностью вектора Бюргерса w_t .

Особенно сложным представляется решение задачи о поведении зависимости $Q_b^*(T)$ и $D_b^*(T)$ в случае одновременного протекания процессов возврата и рекристаллизации. Как известно, мигрирующие границы зерен "заметают" распределенные в зернах дислокации и обеспечивают тем самым поток дефектов, активно "бомбардирующих" границы зерен и изменяющих уровень их неравновесности [3,21].

При рекристаллизации (росте зерен) поток дислокаций на границу зерна *I* пропорционален скорости миграции границ зерен V_m и плотности решеточных дислокаций ρ_v , заметаемых движущейся границей: $I = \xi_m V_m b \rho_v$, где ξ_m — доля дислокаций одного знака, попадающих в мигрирующую границу зерна ($\xi_m = 10^{-4} - 10^{-2}$), b — вектор Бюргерса решеточной дислокации [1,3].

В этом случае кинетические уравнения, описывающие скорость накопления дефектов на границах зерен СМК-материалов, могут быть представлены в виде

$$\Delta b\dot{\rho}_b = \xi_m V_m b\rho_v - \frac{\Delta b\rho_b}{t_1},\tag{1}$$

$$\dot{w}_t = \xi_m V_m b \rho_v - \frac{w_t}{t_2},\tag{2}$$

где t_1 — характерное время процесса делокализации ДОН, t_2 — характерное время диффузионного "ухода" скользящих компонент делокализованных дислокаций. Величины t_1 и t_2 в соответствии с теорией НГЗ могут быть рассчитаны с помощью следующих уравнений [3]:

$$t_1 = \frac{A_1}{(\rho_b \Delta b)^3} \frac{kT}{G\Omega} \frac{b^3}{\delta D_b},\tag{3}$$

$$t_2 = \frac{(d/b)^2}{C_1 w_t} \frac{kT}{G\Omega} \frac{b^3}{\delta D_b},\tag{4}$$

где $A_1 = 10$ и $C_1 = 50$ — численные константы, d — размер зерна, $\delta = 2b$ — ширина границы зерна, G — модуль сдвига, D_b — коэффициент диффузии по равновесным границам зерен, k — постоянная Больцмана (табл. 1).

В том случае, когда скорость миграции границ зерен V_m при отжиге СМК-материала превышает величину V_m^* , следует ожидать повышения коэффициента зернограничной диффузии. В случае, если $V_m < V_m^*$, коэффициент зернограничной диффузии D_b^* останется близким к его равновесному значению D_b .

В условиях быстрой миграции границ зерен ($V_m \ge V_m^*$) уравнения для стационарной плотности ДОН и скользящих компонент делокализованных дислокаций удобно представить в виде [1]

$$\rho_b^{\rm st}\Delta b = \left(g_1 \rho_v V_m\right)^{1/4},\tag{5}$$

$$w_t^{\rm st} = d \left(g_2 \rho_v V_m \right)^{1/2},$$
 (6)

где *g*₁, *g*₂ — параметры материала.

Как следует из анализа формул (5), (6), в силу зависимости w_t от d, если размеры зерен малы $(d < d_1)$ или низка температура отжига $(T < T^*)$, в границах зерен преимущественно будут накапливаться ДОН $(\rho_b \Delta b \gg w_t)$. При высокой температуре $(T > T^*)$ или больших размерах зерен $(d > d_1)$ в границах будут преобладать скользящие компоненты делокализованных дислокаций $(w_t \gg \rho_b \Delta b)$.

Величина критического размера зерна d_1 в условиях миграции границ зерен может быть оценена исходя из соотношения $\rho_b^{\text{st}}\Delta b = w_t^{\text{st}}$:

$$d_1 = \left[\left(\frac{A_1 C_1^2}{\xi_m} \right) \left(\frac{\delta D_b}{\rho_v V_m} \right) \left(\frac{G\Omega}{kT} \right) \right]^{1/4}.$$
 (7)

Оценим характерные плотности дефектов в границах зерен и скорости миграции, при которых возможно повышение коэффициента зернограничной диффузии. Для этого необходимо, чтобы интенсивность потока "падающих" в границу зерна дислокаций $(I^+ = \xi_m \rho_v V_m)$ была больше интенсивности "ухода" дефектов из границ вследствие развития процессов возврата $(I^- = \rho_b/t_1, I^- = w_t/t_2b)$. Приравняв эти интенсивности, можно определить значение V_m^* , при котором возможно повышение коэффициента зернограничной диффузии D_b^* :

$$V_{m1}^* = \frac{\rho_b^{\rm st}}{\rho_v t_1 \xi_m},\tag{8}$$

$$V_{m2}^* = \frac{w_t^{\text{st}}}{\rho_v t_2 b \xi_m}.$$
(9)

При начальной плотности дефектов $\rho_b \Delta b = 10^{-3}$ и $w_t = 10^{-3}$ [1] характерное время t_1 , вычисленное по формуле (3), для СМК-меди при $T \sim 0.385T_m$ (523 K), где $T_m = 1356$ К — температура плавления, составляет $t_1 \sim 5.9 \cdot 10^3$ s. Величина критической скорости миграции границ зерен СМК-меди V_{m1}^* , полученная по формуле (8) при $\rho_v = 10^{14}$ m⁻² и T = 523 K, составляет $\sim 1.3 \cdot 10^{-9}$ m/s.

Величина t_2 для СМК-меди, вычисленная по формуле (4) при той же температуре и $d = 0.2 \, \mu$ m, равна $t_2 = 89$ s, а величина критической скорости миграции V_{m2}^* , найденная по формуле (9), составляет $\sim 1.4 \cdot 10^{-16}$ m/s.

Аналогичные результаты могут быть получены и для СМК-алюминия: при $T = 373 \text{ K} \sim 0.4T_m \ (\rho_b \Delta b = 10^{-3}, w_t = 10^{-3}, \rho_v = 10^{14} \text{ m}^{-2}, d = 1 \,\mu\text{m})$ характерные значения t_1 и V_{m1}^* , вычисленные по формулам (3) и (8), будут составлять $3.2 \cdot 10^4$ s и $2.2 \cdot 10^{-10}$ m/s соответственно, а значения t_2 и V_{m2}^* , вычисленные по формулам (4) и (9), будут равны 0.47 s и $2.1 \cdot 10^{-15}$ m/s соответственно.

Полученные оценки $(t_1 \gg t_2)$ подтверждают ранее сделанное предположение о том, что в границах зерен СМК-материалов (при малом размере зерна и/или низких температурах отжига) доминируют ДОН $(\rho_b^{t}\Delta b \gg w_t^{st})$.

Зависимости критической скорости миграции границ зерен V_{m1}^* от температуры отжига для СМК-меди и СМК-алюминия при различных начальных плотностях решеточных дислокаций представлены на рис. 1.



Рис. 1. Зависимости критической скорости миграции границ зерен V_{m1}^* от температуры отжига для СМК-меди (*a*) и СМК-алюминия (*b*).



Рис. 2. Зависимость среднего размера зерна от температуры отжига СМК-металлов в полулогарифмических координатах. *а* — СМК-магниевый сплав Mg-AZ31 [14], *b* — СМК-алюминиевый сплав Al-3.3 wt.%Mg-0.2 wt.%Sc-0.2 wt.%Zr [17].

В соответствии с подходом, изложенным в [1,3], величина коэффициента зернограничной диффузии в СМК-металлах может быть представлена в виде

$$D_b^* = D_b \exp\left(\frac{\rho_b^{\text{st}} \Delta b + w_t^{\text{st}}}{\alpha_B w_0}\right), \qquad (10)$$

где $\alpha_B = 0.02$ и $w_0 = 0.1$ — численные коэффициенты [1,3].

Подставляя (5), (6) в (10), получим выражение для D_b^* в условиях миграции границ (при $V_m \ge V_m^*$)

$$D_b^* = D_b \exp\left\{\frac{(g_1 \rho_v V_m)^{1/4} + d(g_2 \rho_v V_m)^{1/2}}{\alpha_B w_0}\right\}.$$
 (11)

В случае СМК-материалов и при $d < d_1$ выражение (11) может быть преобразовано к более простому виду

$$D_b^* = D_b \exp\left\{\frac{(g_1 \rho_v V_m)^{1/4}}{\alpha_B w_0}\right\}.$$
 (12)

Таким образом, скорость миграции границ зерен V_m оказывает существенное влияние на диффузионные

свойства границ зерен СМК-материалов: при аномальном росте зерен, для которого характерны высокие скорости миграции границ [1,3], а также высоких начальных плотностях решеточных дислокаций, при отжиге СМК-металлов может наблюдаться уменьшение Q_{h}^{*} (этот эффект условно можно назвать эффектом от ускорения зернограничной диффузии), а в условиях собирательной рекристаллизации, при которой наблюдаются заметно меньшие скорости миграции границ [24], величина энергии активации зернограничной диффузии может быть близка к равновесному значению. Отметим, что эффект уменьшения энергии активации роста зерен, который при традиционном анализе данных по рекристаллизации должен проявляться как изменение угла наклона зависимости $\ln(d^2 - d_0^2) - 1/T$, наблюдается довольно часто для широкого круга СМК-материалов [6,8,14,17] (рис. 2).

Перейдем теперь к анализу полученных результатов и их сопоставлению с экспериментальными данными.

2.2. Сопоставление с экспериментом. Для проверки корректности модели рассмотрим результаты экспериментальных исследований рекристаллизации в СМК-меди М0б (99.995%) и СМК меди М1ф (99.98%), структура которой сформирована методом равноканального углового прессования (РКУП) (режим B_c , $T_{\rm ECAP} = 293$ K, число циклов прессования N = 8) [25].

На рис. 3, а представлены зависимости среднего размера зерна d и объемной доли f_v материала, охваченного процессом рекристаллизации, от температуры отжига СМК-меди. Как видно из рис. 3, а, зависимость среднего размера зерна d(T) имеет трехстадийный характер. На первой стадии отжига (при $T \leq T_1$) в материале наблюдается незначительный рост зерен. Зеренная структура СМК-металла при этом остается однородной. Начиная с температуры $T \sim T_1$ в материале начинается процесс аномального роста зерен [25]. При этом возникает бимодальная структура: появляются крупные зерна, размер которых d_{max} на порядок превосходит средний размер зерен однородной СМК-матрицы. При увеличении температуры отжига объемная доля f_v материала, охваченного процессом аномального роста зерен, увеличивается, и при достижении температуры Т2 величина f v достигает единицы. При последующем повышении температуры отжига (при $T \ge T_2$) процесс рекристаллизации принимает обычный характер. Более подробно механизм аномального роста зерен в СМК-материалах описан в [1].

Кинетика роста зерен на первой $(T \le T_1)$ и третьей $(T \ge T_2)$ стадиях может быть описана с помощью закона собирательной рекристаллизации [24]

$$d^{2} - d_{0}^{2} = 2\gamma_{b}b \, \frac{\delta D_{b}^{*}}{kT} t, \qquad (13)$$

где *d*₀ — начальный размер зерна, *γ*_b — энергия границы зерна.



Рис. 3. Зависимость среднего размера зерна d и объемной доли f_v материала, охваченного процессом аномального роста зерен [25] (a), а также зависимости коэффициента диффузии (b) и энергии активации зернограничной диффузии (c) от температуры отжига для СМК-меди М0б (99.995%) и М1ф (99.98%). Ромбами на всех частях рисунка обозначены данные для СМК-меди М0б (99.95%), кружками — для СМК-меди М1ф (99.98%). На части a темные символы — данные по зависимости среднего размера зерна от температуры отжига, светлые — данные по зависимости объемной доли рекристаллизованной структуры от температуры отжига. На части b темные символы — экспериментальные данные, светлые — результаты расчетов.

На стадии аномального роста зерен зависимость среднего размера зерна от времени и температуры отжига может быть рассчитана по формуле [1,3]

$$d = d_{\max}\left(1 - \exp\left(-\frac{t}{t_3}\right)\right),\tag{14}$$

где $t_3 = (d/b)^2 kT/C_1 w_t D_b^* \delta G$ — характерное время "ухода" стыковых дисклинаций, определяющих миграционную подвижность неравновесных границ зерен при отжиге СМК-металлов [1,3].

Воспользовавшись уравнениями (13), (14), можно каждому размеру зерна *d* на каждой стадии процесса рекристаллизации СМК-материала поставить в соответ-

ствие значение D_b^* (рис. 3, *b*) и, используя соотношение

$$Q_b^* = -\frac{T}{T_m} \ln\left(\frac{D_b^*}{D_{b0}^*}\right),\tag{15}$$

найти соответствующее значение Q_b^* . Результаты такого расчета представлены на рис. 3, *c*.

Из рис. 3, b, c видно, что в интервале температур отжига, соответствующих началу аномального роста зерен в СМК-меди М1ф, величина D_b^* увеличивается от $1.8 \cdot 10^{-24}$ до ~ $5.5 \cdot 10^{-20}$ m²/s; в СМК-меди М0б — от $6.4 \cdot 10^{-24}$ до $4.1 \cdot 10^{-16}$ m²/s. В этих же условиях наблюдается уменьшение Q_b^* : в СМК-меди М1ф величина Q_b^* уменьшается от исходного значения ~ $(9.0-9.2)kT_m$ до значения ~ $7.6kT_m$, что примерно на

~ 20% ниже, чем значение энергии активации в равновесных границах зерен (~ $9.2kT_m$) [22]; в СМК-меди М0б величина энергии активации Q_b^* уменьшается до ~ $(4.6-5.0)kT_m$. При дальнейшем повышении температуры отжига величина D_b^* немонотонно увеличивается, а Q_b^* стремится к значениям, характерным для диффузии по равновесным границам зерен. Важно подчеркнуть, что характерные значения V_m в СМК-меди лежат в интервале $10^{-8}-10^{-9}$ m/s, что более чем на два порядка превышает критическое значение V_m^* для СМК-меди в рассматриваемом интервале температур (рис. 1, *a*).

Воспользовавшись уравнениями (5), (6), (10) и (12), нетрудно рассчитать зависимость коэффициента зернограничной диффузии СМК-меди от температуры отжига. Результаты расчета зависимости $D_b^*(T)$ для СМК-меди М1ф и М0б представлены на рис. 3, b. Как видно из рисунка, описанная модель дает удовлетворительное согласие теоретических и экспериментальных результатов. Необходимые для расчета значения параметров меди взяты из [3,22,23] (табл. 1).

В работе [6] описаны результаты исследований процесса рекристаллизации алюминия AA1050, СМК-структура в котором (начальный размер зерна $d_0 = 0.35 - 0.60 \,\mu\text{m}$) сформирована методом РКУП. Отжиг СМК-образцов проводился в интервале температур 293-773 К (время отжига t = 1 h). Авторами [6] отмечается, что зависимость d(T) имеет трехстадийный характер, причем в интервале температур $T = 548 - 573 \,\mathrm{K}$ наблюдается аномальный рост зерен, при котором средний размер зерна увеличивается от 0.59 до 3.93 µm. Дальнейшее повышение температуры отжига (573-773 К) приводит к плавному повышению размера зерна до $\sim 40\,\mu$ m. Проведенный в [6] анализ зависимости d(T) показывает, что на первой и третьей стадии процесса рекристаллизации зависимость $lg(d^2 - d_b^2) - 1/T$ может быть интерполирована прямыми линиями, причем энергия активации Q_b^* для стадии низкотемпературного отжига (T < 548 K) составляет 49 kJ/mol $(\sim 6.2kT_m)$, а для стадии высокотемпературной собирательной рекристаллизации при $T > 573 \,\mathrm{K} \, Q_b^* = Q_b = 85 \,\mathrm{kJ/mol}$ (~ 10.8*kT_m*). Оценка энергии активации для стадии аномального роста зерен авторами [6] не проводилась.

В соответствии с описанной выше процедурой поставим в соответствие каждому размеру зерна на зависимости d(T, t) для СМК-алюминия значения Q_b^* . Проведенная оценка с использованием соотношений (14) и (15) показывает, что на второй стадии отжига (стадия аномального роста) величина Q_b^* составляет ~ 5.6 kT_m (T = 553-573 K).

Заметим, что в материалах, подвергнутых РКУП, не всегда имеет место аномальный рост зерен, а в ряде случаев плотность решеточных дислокаций может быть мала. При этом эффект ускорения зернограничной диффузии может и не наблюдаться, и, как следствие, величина будет Q_b^* мало меняться в широком диапазоне температур отжига.

Эффект повышения коэффициента зернограничной диффузии при сверхпластической деформации СМК-материалов

3.1. Описание модели. Как известно, явление сверхпластичности (СП) связано с развитием зернограничного проскальзывания (ЗГП) — особого механизма деформации, который "включается" при повышенных температурах и особенно эффективно работает в мелкозернистых материалах. Как показано в [26,27], для развития ЗГП необходимы эффективная аккомодация проскальзывания в стыках зерен и неравновесное состояние границ зерен. Выражение для скорости деформации $\dot{\varepsilon}$ в условиях СП имеет вид [26]

$$\dot{\varepsilon} = A \left(\frac{\sigma}{G}\right)^{1/m} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{G\Omega}{kT}\right) \frac{\delta D_b^*}{b^3},\tag{16}$$

где m — коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения (σ).

Для зернограничной деформации m = 0.5 и p = 2 [27], но поскольку в условиях СП кроме ЗГП в деформацию вносит вклад и внутризеренное дислокационное скольжение, как правило, в уравнении (16) показатель mменяется от 0.3 до 0.5 [26,27].

Обычно предполагается, что величина D_h^* при заданной температуре сверхпластичности — постоянная величина, не зависящая от *έ*, и при расчетах скорости деформации по формуле (16) используется равновесное (табличное) значение D_b [26,27]. При этом, как правило, наблюдается несовпадение теоретических и экспериментальных значений *і*: экспериментальная величина скорости деформации оказывается на один-два порядка выше расчетной. Это несоответствие обычно компенсируют вариацией коэффициента А или объясняют нестабильностью зеренной структуры (изменением d в процессе деформации). Однако в ряде случаев различие экспериментальных и расчетных значений столь существенно, что его трудно объяснить неточностью подгоночных параметров. Особенно ярко это несоответствие проявляется в условиях высокоскоростной сверхпластичности СМК-материалов [28].

На наш взгляд, отмеченная проблема может быть решена на основе теории НГЗ [3], в рамках которой можно показать, что в условиях сверхпластической деформации коэффициент зернограничной диффузии может существенно зависеть от скорости деформации [29]. Для того чтобы "уловить" эту зависимость, необходимо имеющиеся экспериментальные данные по сверхпластичности проанализировать с учетом представлений о зависимости D_b^* от состояния границ зерен и их свободного объема [1,3]. Для этого, подставляя в выражение (16) экспериментально полученные значения m, $\dot{\varepsilon}$, σ , d и другие легко измеряемые в эксперименте параметры и принимая A = const, можно определить

зависимость $D_b^*(\dot{\varepsilon})$

$$D_b^* = \left(\frac{\dot{\varepsilon}b^2}{A}\right) \left(\frac{G}{\sigma}\right)^{1/m} \left(\frac{d}{b}\right)^p \left(\frac{kT}{G\Omega}\right).$$
(17)

Для такого анализа в качестве примера используем результаты исследований высокоскоростной сверхпластичности СМК-сплавов Al-3 wt.%Mg-0.2 wt.%Sc [30] и Al-1570 [31].

Необходимые для оценки D_b^* и Q_b^* значения переменных $\dot{\varepsilon}$, σ и *m* приведены в табл. 2 и 3 при A = 100. Из табл. 2 видно, что в СМК-сплаве Al-3 wt.%Mg-0.2 wt.%Sc [30] при увеличении скорости сверхпластической деформации от 10^{-3} до 1 s^{-1} (при T = 673 K) имеет место повышение коэффициента зернограничной диффузии примерно на порядок.¹

В табл. З представлены результаты аналогичных оценок величины D_b^* для СМК-сплава Al-1570 [31]. Из табл. З видно, что при T = 723 К увеличение скорости деформации от $1.4 \cdot 10^{-3}$ до $1.4 \,\mathrm{s}^{-1}$ приводит к повышению D_b^* в ~ 24 раза.

Приведенные результаты хорошо согласуются с результатами единственной экспериментальной работы, где проведены непосредственные измерения диффузионной проницаемости границ в условиях структурной сверхпластичности [32]. В этой работе показано, что в сплаве Zn-22 wt.%A1, деформируемом при температуре ~ 523 K, при изменении скорости деформации от 10^{-4} до 10^{-2} s⁻¹ величина коэффициента зернограничной диффузии возросла от $1.28 \cdot 10^{-13}$ до $1.3 \cdot 10^{-11}$ m²/s [32].

Перейдем к объяснению изложенных выше результатов.

Как уже отмечалось, в условиях сверхпластической деформации параметры зернограничной диффузии СМК-металла зависят от параметров потоков решеточных дислокаций, осуществляющих внутризеренную деформацию и бомбардирующих границы зерен, что в свою очередь приводит к появлению на границах зерен стационарной плотности дефектов. Значения $\rho_b^{\rm st} \Delta b$ и $w_t^{\rm st}$ в случае СП имеют вид [1]

$$\rho_b^{\rm st} \Delta b = \phi_1 \dot{\varepsilon}_v^{1/4},\tag{18}$$

$$w_t^{\rm st} = \phi_2 \dot{\varepsilon}_v^{1/2},$$
 (19)

где ϕ_1 и ϕ_2 — параметры материала. Подставляя эти выражения в формулу (10), получим

$$D_b^* = D_b \exp(\phi_1' \dot{\varepsilon}_v^{1/4} + \phi_2' \varepsilon_v^{1/2}), \qquad (20)$$

где $\phi_1' = \phi_1/\alpha_B w_0, \, \phi_2' = \phi_2/\alpha_B w_0$ — численные коэффициенты.

При большой плотности дефектов в границе зерна, возникающей при очень высоких скоростях деформации,



Рис. 4. Численный расчет зависимости коэффициента зернограничной диффузии от скорости сверхпластической деформации СМК-сплава Al-3 wt.%Mg-0.2 wt.%Sc. Анализ данных [30].

значение коэффициента диффузии D_b^* приближается к величине коэффициента диффузии в расплаве D_L : $D_b^* = D_L$.

Теоретическая зависимость $D_b^*(\dot{\varepsilon}_v)$, отражающая поведение, описываемое выражением (20), имеет *S*-образный вид: при малых и больших $\dot{\varepsilon}_v$ величина D_b^* не зависит от скорости деформации, а при промежуточных значениях $\dot{\varepsilon}_v$ коэффициент зернограничной диффузии интенсивно нарастает с увеличением скорости деформации.

3.2. Сопоставление с экспериментом. Воспользовавшись уравнениями (18)–(20), можно рассчитать зависимость коэффициента зернограничной диффузии от скорости сверхпластической деформации. Результаты расчетов для сплава Al–3 wt.%Mg–0.2 wt.%Sc представлены в табл. 2 и на рис. 4, для сплава Al-1570 — в табл. 3. Расчет для сплава Zn–22 wt.%Al (T = 523 K) приведен в [3,28].

Необходимые для расчетов значения параметров содержатся в табл. 1.

Как видно из табл. 2 и 3, предложенная элементарная модель удовлетворительно описывает экспериментальные зависимости коэффициента зернограничной диффузии от скорости сверхпластической деформации $D_h^*(\dot{\varepsilon}_v)$.²

¹ При численных оценках не принималась во внимание возможность изменения в условиях ЗГП геометрических характеристик неравновесных границ зерен и, как следствие, их возможное влияние на диффузионные свойства границ зерен при сверхпластической деформации СМК-материалов.

² Определенное расхождение результатов численных расчетов с данными работы [30] связано с влиянием деформационно-стимулированного роста зерна: расчет по формуле (20), результаты которого приведены в табл. 2, выполнены при $d_0 = 0.4 \mu m$. Вместе с тем авторы [30] отмечают, что в процессе испытаний на СП было обнаружено, что в зависимости от температуры и времени деформации средний размер зерна увеличивается до $1-4\mu m$. В связи с тем, что в [30] авторы не приводят данных по зависимости $d(\varepsilon_v, T)$, а точный расчет этой зависимости настоящее время невозможен, сопоставление результатов расчета с экспериментом проводится при $d_0 = 0.4 \mu m$.

Эк	сперимент [30]		Анализ [30]		Расчет	
$\dot{\varepsilon}, \mathrm{s}^{-1}$	$\sigma^*,$ MPa	т	$D_b^{*(\mathrm{exp})}\cdot 10^{11},\mathrm{m}^{2}/\mathrm{s}$	$D_{b0}^* \cdot 10^6, \mathrm{m}^2/\mathrm{s}$	Q_b^*, kT_m	$D_b^{*(\mathrm{calc})}\cdot 10^{11},\mathrm{m}^{2}/\mathrm{s}$
$1 \cdot 10^{-3}$	8	0.34	52	6.76	8.8	3.45
$3 \cdot 10^{-3}$	11	0.22	4.00	6.37	8.6	3.92
$1 \cdot 10^{-2}$	15.5	0.37	6.96	3.49	7.6	4.63
$3 \cdot 10^{-2}$	28	0.55	10.8	2.83	7.3	5.48
$1\cdot 10^{-1}$	48	0.41	11.1	2.73	7.3	8.7
$3 \cdot 10^{-1}$	78	0.42	12.0	2.51	7.2	15.5
1	101	0.23	22.5	1.11	6.1	43.3

Таблица 2. Влияние скорости деформации на параметры зернограничной диффузии в СМК-сплаве Al-3 wt.%Mg-0.2 wt.%Sc ($d_0 = 0.4 \,\mu$ m, T = 673 K), анализ данных [30]

Таблица 3. Влияние скорости сверхпластической деформации на диффузионные свойства границ зерен в СМК-сплаве Al-1570 ($d_0 \sim 1 \, \mu m, T = 723 \, K$), анализ данных [31]

Экс	перимент [30]		Анализ [30]		Расчет	
$\dot{\varepsilon}, \mathrm{s}^{-1}$	σ^* , MPa	т	$D_b^{*(\mathrm{exp})} \cdot 10^{11}, \mathrm{m}^2/\mathrm{s}$	$D_{b0}^* \cdot 10^6, { m m}^2/{ m s}$	Q_b^*, kT_m	$D_b^{*(\text{calc})} \cdot 10^{11}, \text{m}^2/\text{s}$
$1.4 \cdot 10^{-3}$	10	0.11	2.03	7.79	9.9	2.21
$1.4\cdot 10^{-2}$	13	0.23	12.1	5.27	8.3	11.8
$5.6 \cdot 10^{-2}$	18	0.44	25.1	2.34	7.1	24.6
$1.4\cdot 10^{-1}$	27	0.34	27.9	2.01	6.9	27.4
$5.6 \cdot 10^{-1}$	43	0.45	44.1	0.9	6.0	41.7
1.4	65	0.45	48.2	0.8	5.8	45.8

4. Выводы

1. Разработана модель изменения диффузионных свойств неравновесных границ зерен при рекристаллизации СМК-металлов. Показано, что необходимым условием для повышения коэффициента зернограничной диффузии при отжиге СМК-металлов является аномальный рост зерен, характеризующийся повышенной скоростью миграции границ зерен.

2. Разработана модель ускорения зернограничной диффузии при сверхпластической деформации СМК-материалов. Установлено, что условием, необходимым для повышения коэффициента зернограничной диффузии при сверхпластичности СМК-материалов, являются высокая скорость внутризеренной деформации и высокая плотность решеточных дислокаций.

Результаты численных расчетов, проведенных в рамках разработанных моделей, хорошо согласуются с литературными данными.

Список литературы

- V.M. Segal, I.J. Beyerlein, C.N. Tome, V.N. Chuvil'deev, V.I. Kopylov. Fundamentals and engineering of severe plastic deformation. Nova Science Publ., N.Y. (2010). 549 p.
- [2] В.Н. Чувильдеев, О.Э. Пирожникова, А.В. Петряев. ФММ 92, 6, 14 (2001).
- [3] В.Н. Чувильдеев. Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения. Физматлит, М. (2004). 304 с.

- [4] S.V. Divinski, G. Reglitz, H. Rösner, Y. Estrin, G. Wilde. Acta Mater. 59, 1974 (2011).
- [5] S.V. Divinski, G. Reglitz, I.S. Golovin, M. Peterlechner, R. Lapovok, Y. Estrin, G. Wilde. Acta Mater. 82, 11 (2015).
- [6] C.Y. Yu, P.L. Sun, P.W. Kao, C.P. Chang. Mater. Sci. Eng. A 366, 310 (2004).
- [7] H.-K. Kim. J. Mater. Sci. 39, 7107 (2004).
- [8] J. Stráská, M. Janeček, J. Čižek, J. Stráský, B. Hadzima. Mater. Charact. 94, 69 (2014).
- [9] X. Molodova, G. Gottstein, M. Winning, R.J. Hellmig. Mater. Sci. Eng. A 460–461, 204 (2007).
- [10] V.N. Chuvil'deev, T.G. Nieh, M.Yu. Gryaznov, A.N. Sysoev, V.I. Kopylov. J. Alloys. Compd. **378**, 253 (2004).
- [11] R. Kapoor, J.K. Chakravartty. Acta Mater. 55, 5408 (2007).
- [12] T. Fujita, Z. Horita, T.G. Langdon. Mater. Science Eng. A 371, 241 (2004).
- [13] S.V. Divinski, J. Ribbe, D. Baither, G. Schmitz, G. Reglitz, H. Rösner, K. Sato, Y. Estrin, G. Widle. Acta Mater. 57, 5706 (2009).
- [14] H.K. Kim, W.J. Kim. Mater. Sci. Eng. A 385, 300 (2004).
- [15] Ю.Р. Колобов, Г.П. Грабовецкая, К.В. Иванов, Н.В. Гирсова. ФММ 91, 5, 107 (2001).
- [16] В.Н. Чувильдеев, В.И. Копылов, М.Ю. Грязнов, А.Н. Сысоев, Б.В. Овсянников, А.А. Флягин. ДАН 423, 334 (2008).
- [17] H.B. Geng, S.B. Kang, B.K. Min. Mater. Sci. Eng. A 373, 229 (2004).
- [18] М.Ю. Грязнов, А.Н. Сысоев, В.Н. Чувильдеев. ФММ 87, 2, 84 (1999).
- [19] И.С. Головин. ФММ 110, 424 (2010).
- [20] D. Prokoshkina, L. Klinger, A. Moros, G. Wilde, E. Rabkin, S.V. Divinski. Acta Mater. 69, 314 (2014).

- [21] В.Н. Чувильдеев. ФММ 81, 5, 5 (1996).
- [22] Г.Дж. Фрост, М.Ф. Эшби. Карты механизмов деформации. Металлургия, Челябинск. (1989). 328 с.
- [23] А.Р. Уббелоде. Расплавленное состояние вещества. Металлургия, М. (1982). 376 с.
- [24] С.С. Горелик, С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина. Рекристаллизация металлов и сплавов. МИСИС, М. (2005). 432 с.
- [25] А.В. Пискунов, В.Н. Чувильдеев, Ю.Г. Лопатин. В сб.: ВНКСФ-15. АСФ России, Екатеринбург–Кемерово (2009). С. 759.
- [26] T.G. Nieh, D. Wadsworth, O.D. Sherby. Superplasticity in metals and ceramics. Cambridge Univ. Press, Cambridge (1997). 316 p.
- [27] V.N. Perevezentsev, V.V. Rybin, V.N. Chuvil'deev. Acta Met. Mater. 40, 887 (1992).
- [28] T.G. Langdon. J. Mater. Sci. 44, 5998 (2009).
- [29] В.Н. Чувильдеев, А.В. Петряев. ФММ 89, 2, 24 (2000).
- [30] M. Furukawa, A. Utsunomiya, K. Matsubara, Z. Horita, T.G. Langdon. Acta Mater. 49, 3829 (2001).
- [31] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh. Scripta Mater. 50, 511 (2004).
- [32] С.В. Земский, Н.Е. Фомин, Г.К. Мальцева. ФХОМ 4, 91 (1978).