

01,13

Исследование методом дифференциальной сканирующей калориметрии никеля, подвергнутого большой пластической деформации при 150 °С

© К.Ю. Карамышев¹, Т.И. Чашухина¹, М.В. Дегтярев¹, Л.М. Воронова¹, Н.Н. Реснина²

¹ Институт физики металлов УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: highpress@imp.uran.ru

Поступила в Редакцию 17 июня 2026 г.

В окончательной редакции 3 сентября 2026 г.

Принята к публикации 6 сентября 2026 г.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) исследован никель, деформированный сдвигом под давлением при 150 °С со скоростью вращения наковальни 0.3 грт. Показано, что запасенная энергия снижается практически во всем исследованном интервале истинной деформации. Проведено сравнение с результатами, полученными при другой температуре и скорости деформирования. По исследованию структуры, сформированной в результате полного цикла ДСК-нагрева, оценена термическая стабильность субмикроструктурного никеля. Установлено, что снижение скорости деформирования при 150 °С повышает степень развития динамической полигонизации и термическую стабильность структуры. Обсуждается вклад геометрически необходимых дислокаций и границ зерен в запасенную энергию деформации.

Ключевые слова: горячая деформация, релаксационные процессы, термическая стабильность.

DOI: 10.61011/FTT.2026.09.63901.10234

1. Введение

Термическая стабильность материалов, деформированных методом „сдвиг под давлением (СПД)“, является актуальной темой дискуссии в работах различных авторов [1–4]. В работе [5] показано, что большая доля низкоэнергетических конфигураций, таких как малоугловые границы (МУГ), нанодвойники и дефекты упаковки, способствует высокой стабильности деформационно-индуцированной микроструктуры и обеспечивает высокую термическую стабильность субмикроструктурных (СМК) и нанокристаллических материалов. В однофазных материалах, например, в никеле, наиболее перспективным представляется формирование большой доли МУГ посредством динамической полигонизации [6,7]. Кроме того, развитие полигонизации в ходе деформации должно приводить к замедлению накопления дефектов и снижению запасенной энергии деформации. Последнее также будет способствовать повышению стабильности деформированной структуры при нагреве.

Основным экспериментальным методом оценки запасенной энергии является метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Благодаря высокой скорости, точности и универсальности, ДСК-анализ широко используется в качестве аналитического инструмента при изучении эволюции микроструктуры материалов [2,8–12], наряду с методами электронной микроскопии.

Поскольку энергия, высвобождаемая при ДСК-нагреве, напрямую связана с микроструктурными изменениями, такими как снижение плотности дислокаций и вакансий и рост зерен, то этот метод эффективен для изучения процессов, протекающих при СПД, и установления термической стабильности СМК-материалов [2,10].

В работе [7] установлено, что основные релаксационные процессы, которые сопровождают СПД никеля при 150 °С и скорости вращения наковальни 0.3 грт — динамические рекристаллизация и полигонизация. Цель настоящей работы — исследовать влияние этих процессов на запасенную энергию деформации и термическую стабильность никеля.

2. Материалы и методы исследования

Объектом исследования настоящей работы является никель, содержащий менее 0.02 wt% примесей. В исходном состоянии материал представлял собой монокристалл. Деформацию осуществляли методом СПД без боковой поддержки, температура деформации составляла 150 °С, приложенное давление — 8 ГПа, скорость вращения наковален (ω) — 1 и 0.3 грт, угол поворота наковальни (φ) — 15, 30, 45, 60, 90, 180, 360, 2 · 360, 5 · 360 и 7 · 360 deg. До деформации образцы имели форму диска диаметром 5 mm и толщиной 0.3 mm. После деформации толщину каждого образца измеряли

вдоль диаметра по двум взаимно перпендикулярным направлениям с шагом 0.5 mm.

Так как при калориметрическом исследовании информация снимается со всего объема образца, то определяли среднюю по образцу истинную деформацию. Поверхность образца делили на ряд концентрических колец шириной 0.5 mm. В каждом кольце определяли истинную деформацию по формуле [13], которая учитывает осадку образца (изменение толщины на середине кольца), угол поворота наковальни и расстояние от центра образца до середины кольца. При определении средней по образцу деформации использовали значение деформации, соответствующее конкретному кольцу, и долю его площади в общей площади образца.

Исследования методом ДСК проводили с помощью прибора Mettler Toledo 822e. Масса деформированных образцов уменьшалась с ростом истинной деформации и составляла от 20.3 до 6.1 mg. Нагрев проводили со скоростью 50 °C/min — минимальной, при которой фиксировались пики тепловыделения. Использовали стандартные алюминиевые чашки емкостью 40 μ l, диаметром 5 mm. В ходе первого ДСК-цикла — нагрев до 550 °C и охлаждение до комнатной температуры — были определены пики тепловыделения. При повторном нагреве и охлаждении образцов пики отсутствовали, что свидетельствовало о необратимости процессов выделения тепла. Для определения запасенной энергии деформации и температур рекристаллизации использовали программу STARe. Температуры пиков устанавливали методом секущих. Величина выделившейся энергии соответствовала площади под калориметрическим пиком; при расчете суммировали площади всех наблюдаемых пиков тепловыделения. Погрешность измерений выделившегося при ДСК-исследовании тепла составляла около 2.5 %.

Для структурных исследований применяли разные методы электронной микроскопии — просвечивающей (ПЭМ) и сканирующей (СЭМ). Тонкую структуру фольг на расстоянии 1.5 ± 0.2 mm от центра образца изучали методом ПЭМ на приборе JEOL JEM 200CX. Размер рекристаллизованных зерен, спектр разориентировки границ, плотность геометрически необходимых дислокаций (ГНД) определяли на расстоянии 1.0 ± 0.3 mm от центра образца методами СЭМ на приборах Philips QUANTA 200 Pegasus и TESCAN MIRA LMS. Оба сканирующих микроскопа оснащены приставкой для EBSD (картина дифракции обратно рассеянных электронов) анализа. Для EBSD-исследования поверхность образцов готовили с применением шлифовки и электролитической полировки. Шаг сканирования при EBSD-анализе деформированных образцов составлял 40–260 nm, при этом площадь сканирования изменялась от $0.25 \cdot 10^{-3}$ до 0.1 mm². При исследовании образцов после процедуры ДСК-нагрева шаг сканирования был больше: 0.25–4.5 μ m, как и площадь сканирования: от 0.02 до 1.1 mm².

Для расчета плотности геометрически необходимых дислокаций (ρ_{GND}) и накопленной энергии деформации

(E_{GND}) применяли формулы (1) [14,15] и (2) [11,15] соответственно

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{\alpha \cdot \theta_{\text{КАМ}}}{b \cdot x}, \quad (1)$$

$$E_{\text{GND}} = \frac{\rho_{\text{GND}} \cdot b^2 \cdot G}{2}. \quad (2)$$

В этих выражениях: α — коэффициент, принимаемый для ГЦК равным 3, $\theta_{\text{КАМ}}$ — средний угол разориентировки между выбранной точкой (пикселем) и всеми соседними пикселями во второй координационной сфере (в rad), b — модуль вектора Бюргерса, 0.249 nm [16], G — модуль сдвига, 73 GPa [17], x — шаг сканирования, nm.

Энергию, запасенную в границах зерен (E_{GB}), рассчитывали по формуле (3) [18]:

$$E_{\text{GB}} = \frac{3 \cdot \gamma_{\text{GB}}}{d}, \quad (3)$$

где γ_{GB} — средняя зернограницная энергия, приходящаяся на единицу площади (для никеля — 0.87 J/m² [3,16]), d — средний размер микросталлитов и зерен, определенный методом ПЭМ, μ m.

3. Результаты исследования и их обсуждение

3.1. Оценка запасенной энергии деформации методом ДСК

Результаты ДСК-исследований никеля, деформированного при 150 °C с разной скоростью вращения наковальни, приведены на рис. 1 и 2.

На рис. 1 показаны характерные ДСК-кривые, полученные с образцов, деформированных с разной истинной деформацией при 150 °C и скорости вращения наковальни 0.3 rpm. Видно, что наблюдаются один или два пика тепловыделения, обозначенные T_1 и T_2 .

На рис. 2 приведены зависимости запасенной при СПД энергии от истинной деформации при разной температуре и скорости вращения наковальни. При деформации с $\omega = 1$ rpm как при 150 °C (при условии $e > 3$), так и при 20 °C (во всем исследованном интервале деформаций) наблюдается устойчивый рост запасенной энергии (E_{DSC}) с увеличением истинной деформации до $e = 6.3$ и 7.4 соответственно [19,20]. В работе [20] показано, что резкое снижение запасенной энергии никеля при 150 °C с $\omega = 1$ rpm в интервале $2 < e < 2.4$ вызвано динамическим возвратом. В случае более низкой скорости деформирования ($\omega = 0.3$ rpm), напротив, наблюдается явная тенденция к снижению E_{DSC} с небольшим пиком при $e = 4.7$ ($\varphi = 180^\circ$). Максимальные значения E_{DSC} в этом случае значительно ниже значений, полученных в результате деформации с $\omega = 1$ rpm. На ДСК-кривых после деформации с $\omega = 0.3$ rpm наблюдается преимущественно один пик тепловыделения в интервале

температур 260–340 °С (рис. 3), за исключением значений деформации $e = 1.5$ ($\varphi = 15^\circ$) и 4.7 ($\varphi = 180^\circ$), при которых запасенная энергия максимальна (рис. 2). В этом случае наблюдается дополнительный интервал тепловыделения (410–480 °С). Установленные интервалы хорошо совпадают с интервалами, полученными при исследовании никеля, деформированного при 150 °С со скоростью вращения наковальни 1 rpm [20,21]. Минимальное значение запасенной в результате деформации при 150 °С с $\omega = 0.3$ rpm энергии получено после $e = 6.8$ –8.6, и оно равно минимальному значению E_{DSC} , зафиксированному после деформации с $\omega = 1$ rpm при той же температуре и $e = 8.7$. В работах [19,20] снижение запасенной энергии деформации связывали с разви-

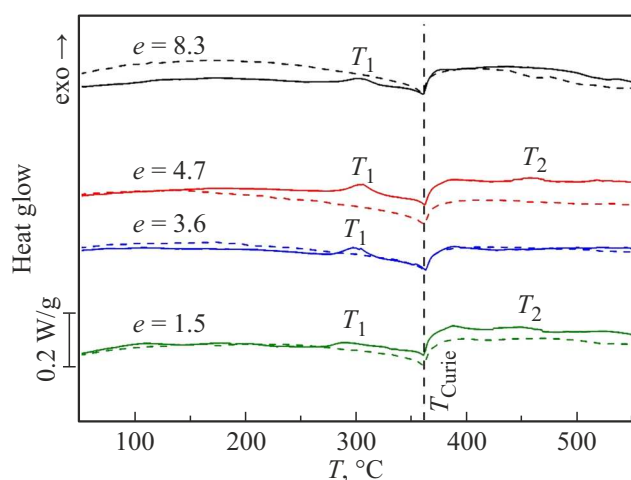


Рис. 1. ДСК-кривые образцов никеля, деформированных СПД при 150 °С и $\omega = 0.3$ rpm. Пунктиром показаны кривые, полученные при втором нагреве.

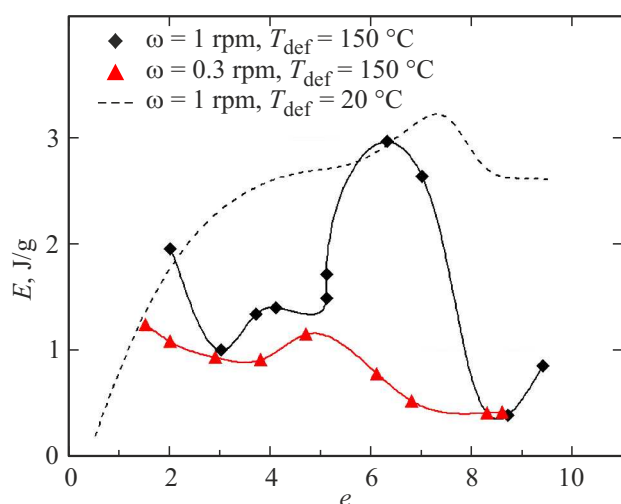


Рис. 2. Влияние скорости вращения наковальни на вид зависимости запасенной при СПД энергии от истинной деформации при 150 °С. Пунктирной линией указана зависимость для никеля, деформированного при комнатной температуре [19]. ДСК.

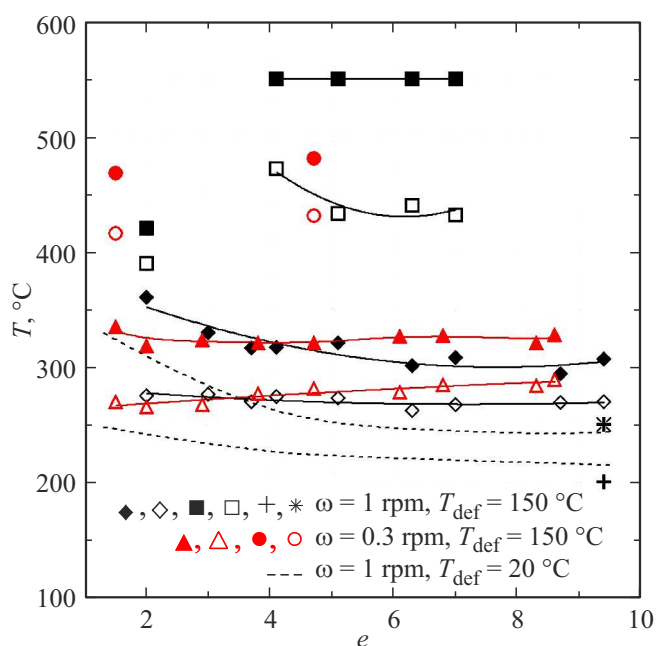


Рис. 3. Зависимости интервалов тепловыделения от истинной деформации при 150 °С и $\omega = 1$ и 0.3 rpm; пунктирными линиями указаны зависимости для никеля, деформированного при комнатной температуре с $\omega = 1$ rpm [19]. Прозрачными значками обозначены температуры, соответствующие началу тепловыделения, а заполненными — его завершению. ДСК.

тием динамических релаксационных процессов: возврата и рекристаллизации. Подобный результат был получен при ДСК-исследовании деформированного СПД сплава Cu-Ni-Si [11]. Авторы также объясняли уменьшение E_{DSC} быстрым возникновением динамической рекристаллизации на раннем этапе деформации.

Таким образом, согласно ДСК-исследованию, в никеле в ходе деформации при 150 °С с $\omega = 0.3$ rpm процессы аннигиляции дефектов преобладают над процессом их накопления.

В работе [7] методами СЭМ и ПЭМ проведены исследования структуры никеля, деформированного СПД при 150 °С со скоростью вращения наковальни 0.3 rpm. Наиболее характерные структуры, образовавшиеся в никеле при такой деформации, приведены на рис. 4. Было установлено, что после $e = 1.5$ ($\varphi = 15^\circ$) исходный монокристалл разбился на фрагменты и сформировалась ячеистая структура (рис. 4, а). В ходе деформации с $e > 2$ развиваются динамические рекристаллизация и полигонизация, которые с ростом истинной деформации постепенно охватывают весь объем материала (рис. 4, б–ф). Проведенное в [7] сравнение материала, деформированного СПД при одной температуре с разной скоростью вращения наковальни, показало, что снижение скорости деформирования привело к усилению фрагментации структуры, началу динамической рекристаллизации при меньшей истинной деформации и активизации динамической полигонизации внутри ди-

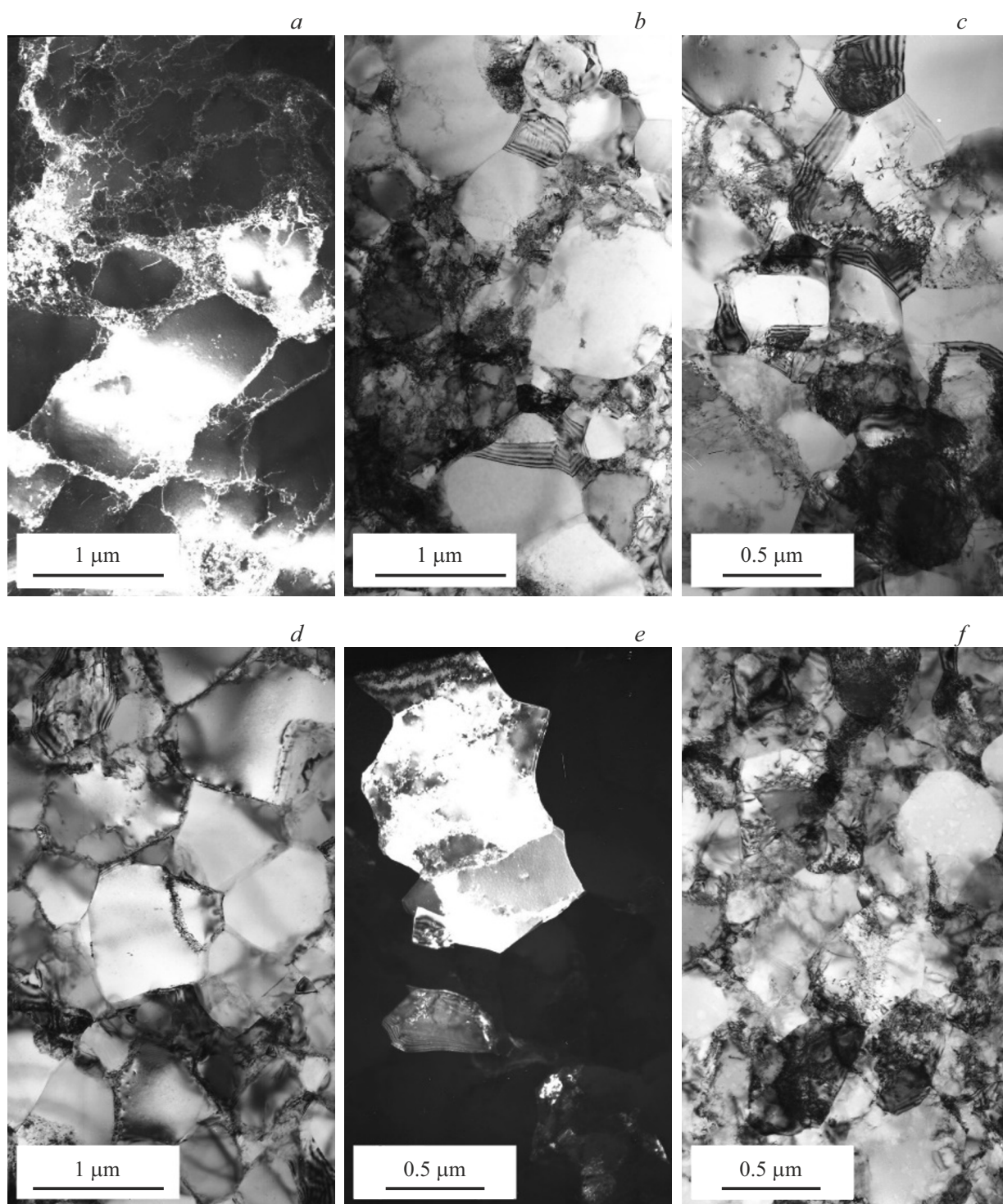


Рис. 4. Структура никеля, деформированного при 150 °С и $\omega = 0.3$ grm. *a*) $e = 1.5$ ($\varphi = 15^\circ$), *b*) $e = 2.9$ ($\varphi = 45^\circ$), *c*) $e = 4.7$ ($\varphi = 180^\circ$), *d*) $e = 6.8$ (2 оборота наковальни), *e*) $e = 8.3$ (5 оборотов), *f*) $e = 8.5$ (7 оборотов); *a* и *e* — темнопольные изображения в рефлексе типа (111). ПЭМ.

намически рекристаллизованных зерен с ростом истинной деформации более $e = 7$. Это подтверждается ПЭМ-исследованиями структуры (рис. 4), увеличением доли МУГ при росте истинной деформации (рис. 5) и одновременным снижением плотности геометрически

необходимых дислокаций. О последнем можно судить по рис. 6, *a*, принимая во внимание связь между плотностью дислокаций и запасенной энергией деформации в выражениях (1) и (2). Динамическую полигонизацию не наблюдали при деформации никеля с $\omega = 1$ grm [20].

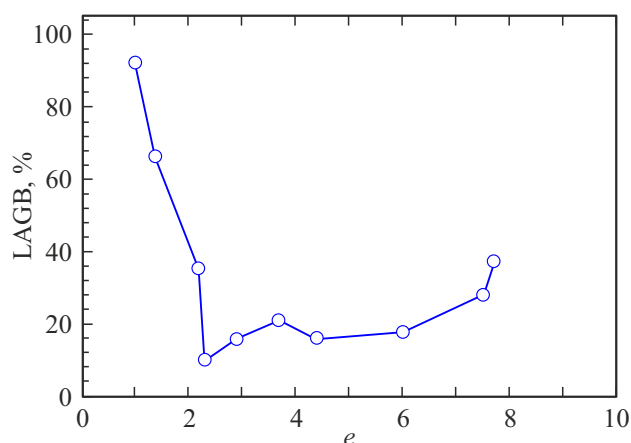


Рис. 5. Изменение доли МУГ при деформации никеля при 150 °C с $\omega = 0.3$ rpm. EBSD.

Таким образом, структурные исследования подтверждают предположение о возрастании роли релаксационных процессов (в особенности полигонизации) при снижении скорости деформирования, сделанное по результатам ДСК-анализа.

В работе [21] были установлены процессы, которые соответствуют разным интервалам тепловыделения при ДСК-нагреве. Ниже 250 °C реализуется низкотемпературная статическая рекристаллизация, центрами которой служат образовавшиеся при деформации микрокристаллиты. В интервале 260–340 °C происходит рост зерен, сформировавшихся при динамической рекристаллизации, в которых еще не накопилась высокая плотность дефектов. Выше 400 °C центры статической рекристаллизации образуются термоактивационным путем.

На рис. 3 видно, что уменьшение скорости деформирования до 0.3 rpm при 150 °C обусловило протекание статической рекристаллизации, т.е. рост динамически рекристаллизованных зерен, в основном в температурном интервале 260–340 °C. Пик, соответствующий росту микрокристаллитов, не наблюдается. Тепловыделение при температурах выше 400 °C зафиксировано только в образцах с максимальной запасенной энергией $e = 1.5$ ($\varphi = 15^\circ$) и 4.7 ($\varphi = 180^\circ$). По-видимому, в случае низкой скорости деформирования рекристаллизация по классическому механизму (термоактивируемое зарождение и последующий рост) не развивается вследствие снижения запасенной энергии деформации (рис. 2) в результате динамической полигонизации (рис. 3).

Следует отметить, что на кривых ДСК, полученных для никеля, деформированного при 150 °C, перед пиками рекристаллизации не был обнаружен пик, соответствующий возврату. Подобный результат был получен в работах [11,22] при исследовании Cu, Ni и сплава Cu-Ni-Si, подвергнутых деформации СПД при комнатной температуре. Авторы предположили, что аннигиляция дефектов могла произойти уже во время деформации. В работе [12] было сделано предположение, что уве-

личение деформации и, как следствие, запасенной в дефектах энергии приводит к росту движущей силы рекристаллизации, что способствует смещению пика рекристаллизации в сторону низких температур и его слиянию с пиком возврата. Возможно, с этим связано наблюдаемое в настоящей работе противоречие между типом деформационной структуры (рис. 4, а) и результатами ДСК-анализа (рис. 3): в никеле с ячеистой структурой, помимо закономерно ожидаемого пика, отвечающего рекристаллизации по классическому механизму, наблюдается тепловыделение в интервале температур, который соответствует росту динамически рекристаллизованных (ДР) зерен (260–340 °C). Причем основная доля запасенной энергии выделяется именно в этом интервале (около 70%). Таким образом, пик возврата действительно совпадает по температуре с интервалом статической рекристаллизации ДР-зерен.

3.2. Расчет запасенной энергии деформации по данным структурных исследований

При ДСК-анализе по температурам различают пики, связанные с аннигиляцией вакансий (возврат) и дислокаций (рекристаллизация) [2,10,23]. В общем случае в энергию, запасенную в деформированном металле, вносят вклад различные дефекты: дислокации, большеугловые границы, внутренние напряжения и точечные дефекты. В работе [18] показано, что при больших деформациях никеля энергия в основном запасена в дислокациях и высокоугловых границах (ВУГ). Существуют подходы, которые, используя параметры структуры (размер зерна, плотность ГНД) или испытания на микротвердость, позволяют количественно оценить вклады различных дефектов в общую запасенную энергию [11,18,22].

Так, вклад ВУГ может быть учтен через энергию границ зерен, согласно уравнению (3). В работе [22] показано, что в сильно деформированном материале этот вклад может составлять большую долю запасенной энергии, поскольку доля ВУГ может достигать 60–80%. При этом, авторы [11,22] считают, что доля энергии, связанной со статистически сохранными дислокациями (ССД), составляет лишь 3–3.5%, тогда как от ГНД — 44%, т.е. вклад ССД является незначительным. Энергия, запасенная в геометрически необходимых дислокациях [11], может быть определена с использованием техники EBSD-анализа по выражению (2). Тем не менее, запасенная энергия, измеренная методом ДСК, оказывается в 1.9–2.7 раза выше значения, основанного на оценке энергии, запасенной в дислокационных границах и ВУГ. Авторы [22] полагают, что это расхождение можно уменьшить, введя вклады как от дислокаций, сохранных между границами, так и от внутренних напряжений.

На рис. 6 проиллюстрированы расчеты, выполненные по результатам настоящего исследования на основе анализа плотности ГНД (данные получены из EBSD-

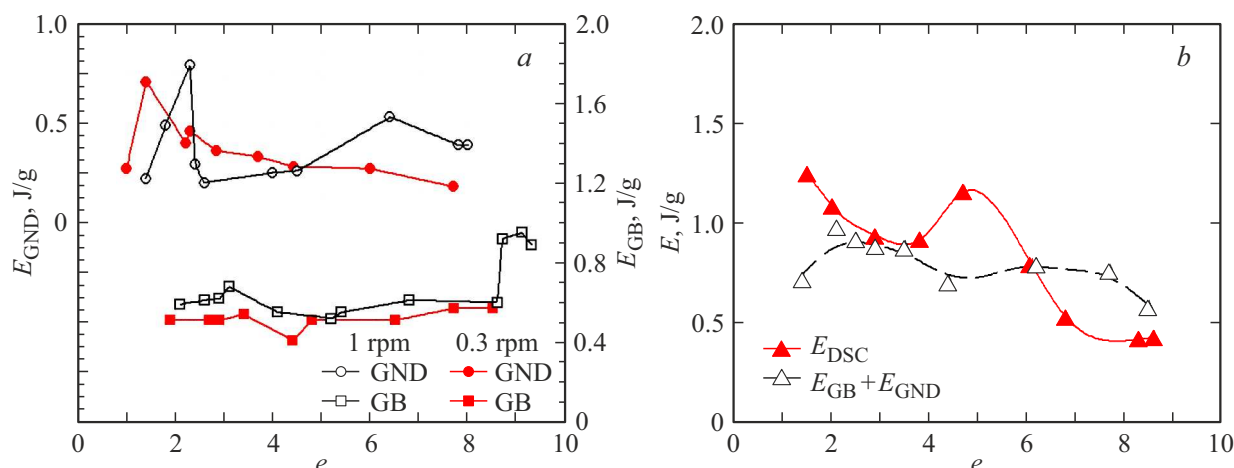


Рис. 6. а) Расчет запасенной энергии деформации по плотности ГНД и площади ВУГ для никеля, деформированного при 150 °С с разной скоростью вращения наковальни и б) сравнение расчетных значений с экспериментальными, полученными методом ДСК, для никеля, деформированного при 150 °С и $\omega = 0.3$ rpm.

анализа кернер-карт) и площади ВУГ (данные о размере элементов структуры получены с помощью ПЭМ).

Сопоставление рис. 2 и 6 показывает, что изменение запасенной энергии согласуется главным образом с плотностью дислокаций. При скорости деформирования 1 rpm плотность ГНД сначала растет, затем резко снижается при $e > 2.5$ и вновь проходит через максимум при $e = 5-7$ (рис. 6, а). Соответствующая кривая, полученная методом ДСК (рис. 2), при истинной деформации до $e = 7$ ведет себя подобным образом, но при большей деформации наблюдается рост запасенной энергии, связанный с ростом площади границ (рис. 6, а), т.е. с измельчением элементов структуры, зафиксированным в работе [20]. При скорости деформирования 0.3 rpm, начиная с $e = 1.5$, происходит снижение как плотности ГНД, так и запасенной энергии, определенной методом ДСК. Небольшой подъем E_{DSC} при истинной деформации около 4.5 (рис. 2) согласуется с измельчением зерна и небольшим ростом E_{GB} (рис. 6, а). Дальнейшее изменение размера элементов структуры в ходе деформации и сопровождающей ее динамической рекристаллизации, которое приводит к небольшому росту E_{GB} , компенсируется снижением плотности ГНД и соответственно E_{GND} в результате динамической полигонизации.

На рис. 6, б визуализировано сравнение расчетных значений (суммарный вклад в запасенную энергию плотности ГНД и границ зерен) с экспериментальными, полученными методом ДСК, для никеля, деформированного при 150 °С и $\omega = 0.3$ rpm. Видно, что зависимости не совпадают в двух случаях: 1) когда ДСК фиксирует максимальную запасенную энергию при $e = 1.5$ и 4.7; 2) при истинной деформации больше 6. В первом случае расчетные значения оказываются ниже экспериментальных, а во втором — выше.

Двукратное превышение экспериментальных значений запасенной энергии над расчетными авторы [11,22]

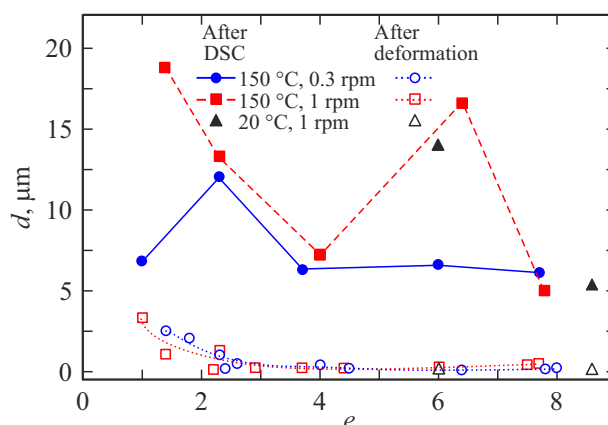


Рис. 7. Зависимость среднего размера зерна никеля после полного цикла ДСК от величины предварительной деформации при разной температуре и скорости вращения наковальни.

связывали с неучтенными дополнительными вкладами, например, от статистически сохраненных дислокаций. На рис. 4, а и с видно, что после деформации, соответствующей максимальной запасенной энергии ($e = 1.5$ и 4.7), внутри отдельных зерен наблюдается высокая плотность хаотически распределенных дислокаций. Вероятно, эти дислокации обеспечивают дополнительный вклад в запасенную энергию.

Более высокие расчетные значения запасенной энергии при большой деформации, вероятно, связаны с полигонизацией. При $e > 6$ увеличивается доля МУГ (рис. 5), которые разбивают зерно на субзерна. Некоторые из этих МУГ могут быть сформированы ГНД, тогда энергия этих границ оказывается учтенной дважды: как энергия границ и как энергия ГНД. Кроме того, определенный методом ПЭМ средний размер элементов структуры, состоящей из зерен и субзерен, также может

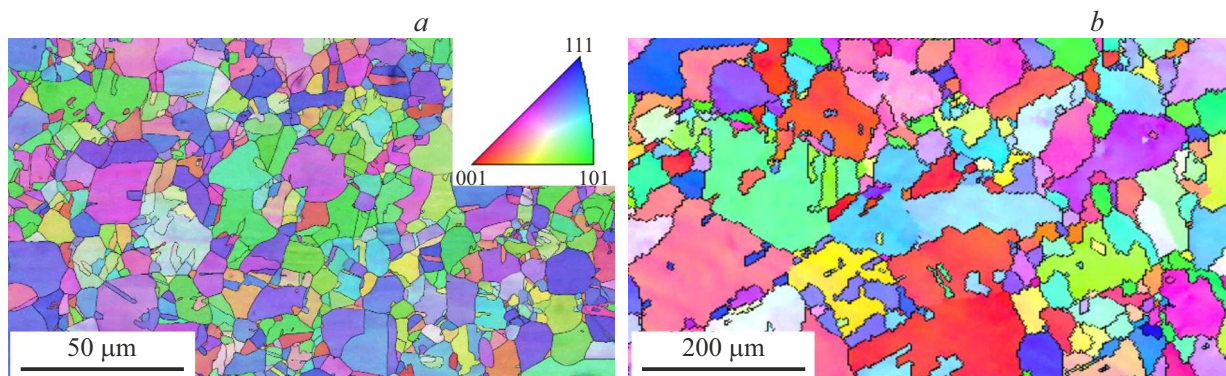


Рис. 8. Структура никеля, деформированного с $\phi = 15^\circ$ при 150°C со скоростью вращения наковальни а) 0.3 и б) 1 grt и подвергнутого нагреву в калориметре. EBSD, ориентационные карты в цветах обратной полюсной фигуры (ОПФ).

дать завышенное значение энергии, рассчитанной по выражению (3).

Таким образом, ДСК-анализ и структурные исследования показали, что при 150°C и скорости деформирования 0.3 grt основными структурообразующими процессами являются динамическая рекристаллизация и полигонизация, которые определяют запасенную энергию деформации.

3.3. Оценка термической стабильности структуры

Более полное протекание релаксационных процессов при низкой скорости деформирования должно сказаться на термической стабильности структуры. Оценка стабильности деформированного никеля можно провести через аттестацию структуры, которая сформировалась в результате полного цикла ДСК-нагрева (двукратный нагрев до 550°C с охлаждением до комнатной температуры).

На рис. 7 приведен средний размер рекристаллизованного зерна, которое сформировалось в никеле после деформации и полного цикла ДСК-нагрева, в зависимости от величины предварительной деформации при разной температуре и скорости вращения наковальни. Для сравнения на графике приведены значения среднего размера элементов деформированной структуры (для деформации при 150°C — пунктирные линии, для деформации при 20°C — полые и сплошные треугольники). Видно, что размер рекристаллизованного зерна немонотонно зависит от истинной деформации.

Уменьшение скорости деформирования с 1 до 0.3 grt, приводящее к более полному протеканию возврата при формировании ячеистой структуры, способствует образованию более мелкозернистой рекристаллизованной структуры в результате ДСК-нагрева (рис. 7 и 8). В этом случае структура характеризуется высокой однородностью и правильной равноосной формой зерен (рис. 8, а).

Появление первых динамически рекристаллизованных зерен ($e = 2.3\text{--}2.9$) приводит к резкому росту зерна при

последующей статической рекристаллизации (рис. 7). На рис. 9, а видна граница между структурой с разным размером зерна. На рис. 9, б приведена схема расположения анализируемой методом EBSD области на образце, деформированном с углом поворота наковальни 45° при 150°C и $\omega = 0.3$ grt. Граница соответствует расстоянию от центра образца примерно 0.9 mm (расчетная истинная деформация 2.2). Ближе к центру в результате деформации была сформирована ячеистая структура, и соответственно после полного цикла ДСК было получено мелкое рекристаллизованное зерно. На большем радиусе истинная деформация превышала критическую, необходимую для начала динамической рекристаллизации. В этом случае при ДСК-нагреве активно растут готовые центры рекристаллизации — отдельные ДР зерна, и образуется более крупное зерно. На рис. 7 видно, что в интервале $e = 2.3\text{--}4.0$, когда основной структурообразующий процесс — динамическая рекристаллизация, скорость деформирования слабо влияет на величину запасенной энергии и стабильность структуры (рис. 2 и 7).

Второй интервал, в котором при разной скорости деформирования значительно различается величина запасенной энергии, $e = 6\text{--}7$ (рис. 2). Усиление фрагментации структуры, более полное развитие динамической рекристаллизации и активизация динамической полигонизации при снижении скорости вращения наковальни, приводящие к снижению запасенной энергии, обеспечивают более мелкое рекристаллизованное зерно и более высокую однородность структуры (рис. 7 и 10, а). Следует отметить, что после деформации со скоростью $\omega = 1$ grt как при 20, так и при 150°C в интервале $e = 6\text{--}7$ значения запасенной энергии высокие: около 3 J/g. После нагрева в ходе полного ДСК-цикла и в том, и в другом случае сформировалась однотипная структура, близкая по размеру зерна (рис. 7 и 10, б).

При деформации с $e > 7$ и нагреве в калориметре размер рекристаллизованных зерен оказался не зависящим от температуры и скорости деформирования (рис. 7). В то же время, однородность рекристалли-

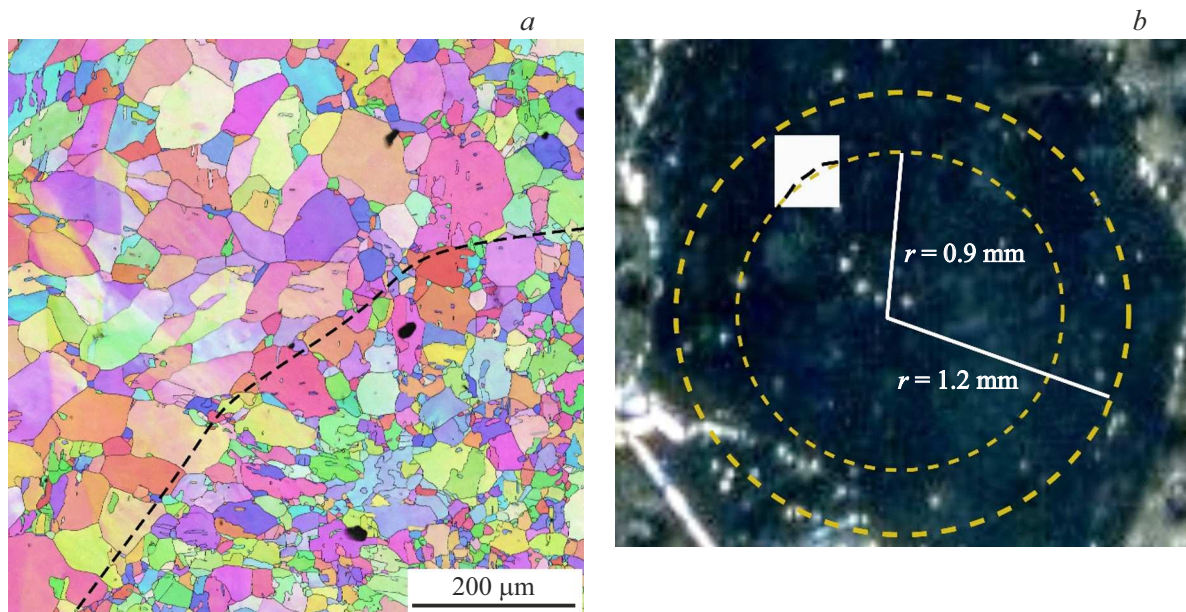


Рис. 9. *a)* Структура никеля — ориентационная EBSD-карта в цветах ОПФ и *b)* схема расположения анализируемой области (белый прямоугольник) на образце, деформированном с $\varphi = 45^\circ$ при 150°C со скоростью вращения наковальни 0.3 грм и нагревом в калориметре. r — расстояние от центра образца.

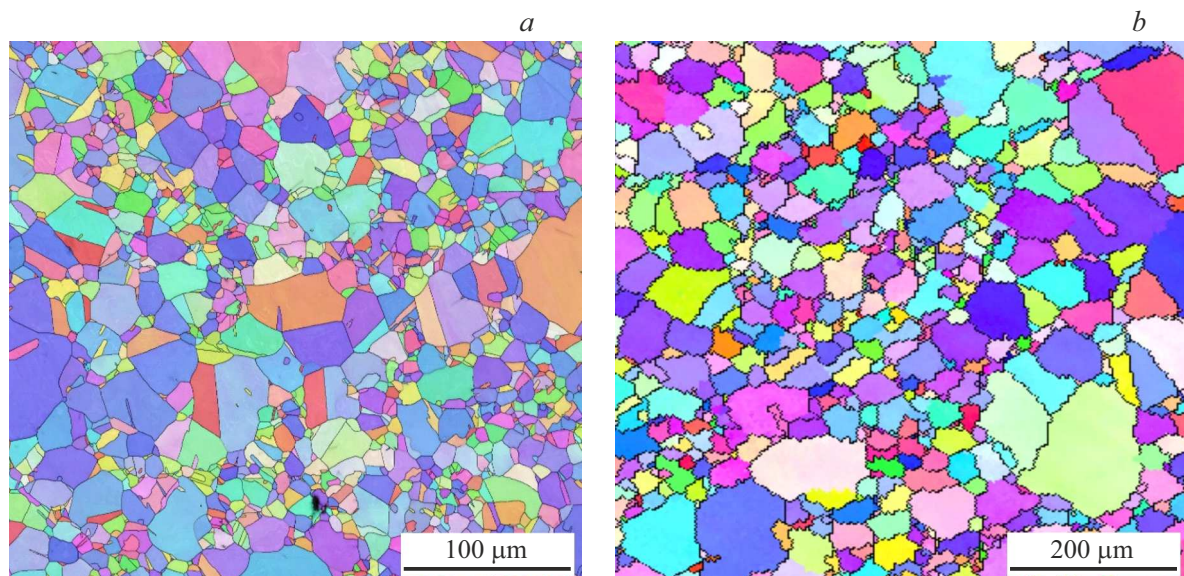


Рис. 10. Структура никеля, деформированного с $\varphi = 2 \cdot 360^\circ$ при 150°C со скоростью вращения наковальни *a)* 0.3 и *b)* 1 грм и подвергнутого нагреву в калориметре. EBSD, ориентационные карты в цветах ОПФ.

зованной структуры различна (рис. 11). Увеличение истинной деформации более 7 при 150°C и скорости вращения наковальни 0.3 грм не приводит к изменению запасенной энергии, при этом в структуре наряду с динамической рекристаллизацией происходит динамическая полигонизация. При большей скорости деформирования (1 грм) при этой температуре по появлению новых микрокристаллитов было зафиксировано начало нового цикла ДР и небольшой рост запасенной энергии [14].

При последующем нагреве в первом случае (полигонизация равномерно развивалась в структуре) формируются однородные по размеру рекристаллизованные зерна (рис. 11, *a*). В отсутствие динамической полигонизации, напротив, в результате статической рекристаллизации наблюдается сильная разнорзернистость (рис. 11, *b*).

Таким образом, низкая скорость вращения наковальни при повышенной температуре (150°C) всегда позволяет получить при последующем нагреве (до 550°C) наи-

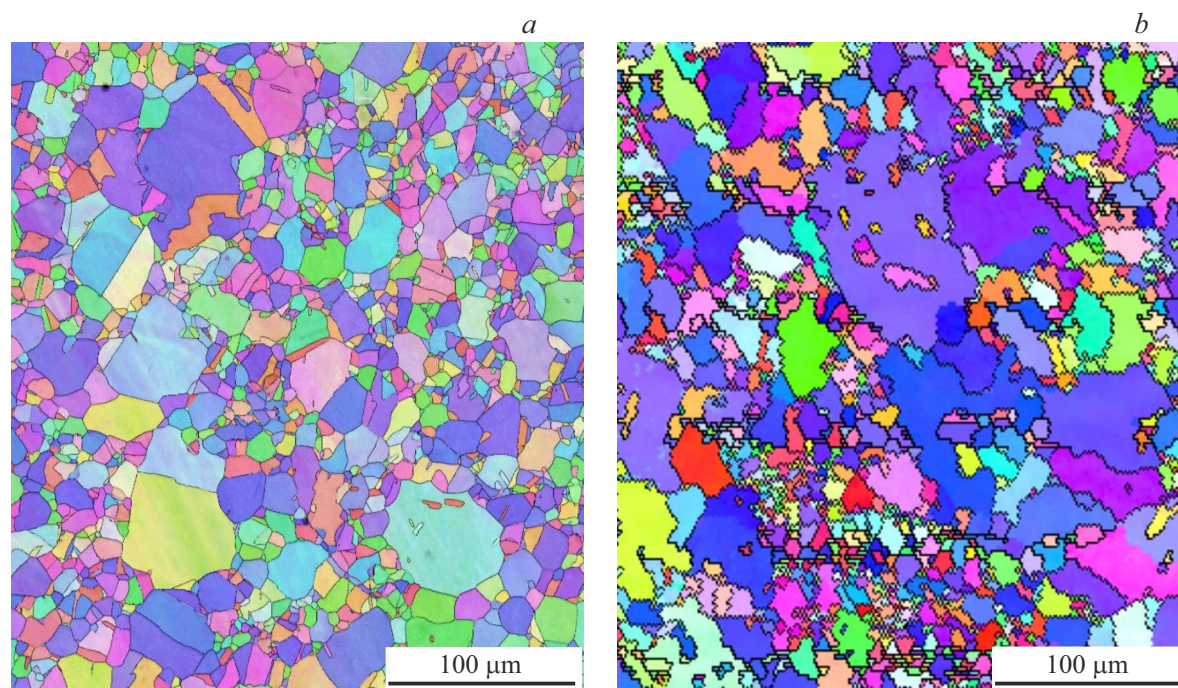


Рис. 11. Структура никеля, деформированного с $\varphi = 7 \cdot 360^\circ$ при 150°C со скоростью вращения наковальни *a)* 0.3 и *b)* 1 rpm и подвергнутого нагреву в калориметре. EBSD, ориентационные карты в цветах ОПФ.

более мелкозернистую структуру. После деформации с $e > 4$, независимо от величины деформации, в процессе нагрева в чистом никеле формируется однородная по размеру рекристаллизованная структура со средним размером зерна около $6\text{ }\mu\text{m}$.

4. Выводы

ДСК-исследование показало, что в никеле в ходе деформации сдвигом под давлением при 150°C со скоростью вращения наковальни 0.3 rpm процессы аннигиляции дефектов преобладают над процессом их накопления. Запасенная энергия деформации снижается практически во всем исследованном интервале истинной деформации.

1. Вклад в запасенную энергию деформации вносят геометрически необходимые дислокации и границы зерен, однако при скорости деформирования 0.3 rpm изменение запасенной энергии согласуется главным образом с плотностью дислокаций.

2. Снижение скорости деформирования от 1 до 0.3 rpm при 150°C повышает степень развития динамической полигонизации и термическую стабильность структуры. После деформации с $e > 4$, независимо от величины деформации никеля, в процессе нагрева в калориметре формируется однородная по размеру рекристаллизованная структура со средним размером зерна около $6\text{ }\mu\text{m}$.

Благодарности

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП „Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов“ ИФМ УрО РАН.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России для ИФМ УрО РАН (тема „Давление“, № 122021000032-5).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] A. Bachmaier, R. Pippan. *Mater. Trans.* **60**, 7, 1256 (2019).
- [2] N. Gao, M.J. Starink, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Technol.* **25**, 6, 687 (2009).
- [3] Y.B. Zhang, O.V. Mishin. *Mater. Characterization* **129**, 323 (2017).
- [4] V.V. Popov, E.N. Popova, E.V. Osinnikov. *Metals. Mater. Int.* **31**, 7, 2069 (2025).
- [5] J. Haihong, G. Qingmei, M. Peterlechner, L. Daum, H. Rösner, G. Wilde. *Mater. Sci. Eng.: A* **908**, 146758 (2024).
- [6] K.Yu. Karamyshev, M.V. Degtyarev, T.I. Chashchukhina, L.M. Voronova, V.P. Pilyugin. *Phys. Metal. Metallogr.* **126**, 1, 101 (2025).
- [7] К.Ю. Карамышев, Л.М. Воронова, Т.И. Чашухина, М.В. Дегтярев, В.П. Пилугин. *ФММ* **127**, 51, 542 (2026).

- [8] J. Zhang, S. Wang, P. Hu, Y. Zhang, H. Ding, Y. Huang. *Metals* **14**, 2, 184 (2024).
- [9] S.C. Krishna, P. Yasam, S. Dudala, S. Kotla, P. Muneshwar, B. Pant, R. Korla. *J. Mater. Eng. & Performance* **33**, 1, 136 (2024).
- [10] D. Setman, E. Schafler, E. Korznikova, M.J. Zehetbauer. *Mater. Sci. Eng.: A* **493**, 1, 116 (2008).
- [11] H. Azzeddine, Y.I. Bourezg, A.Y. Khereddine, Th. Baudin, A.L. Helbert, F. Brisset, M. Kawasaki, D. Bradai, T.G. Langdon. *Philosoph. Mag.* **100**, 6, 688 (2020).
- [12] И.А. Дитенберг, Е.А. Корзникова, А.Н. Тюменцев, Д. Зетман, М. Кербер, М.Й. Цехетбауэр. *Письма о материалах* **4**, 2, 100 (2014). [I.A. Ditenberg, E.A. Korznikova, A.N. Tyumentsev, D. Setman, M. Kerber, M.J. Zehetbauer. *Lett. Mater.* **4**, 2, 100 (2014). (In Russ.)]
- [13] М.В. Дегтярев, Т.И. Чашухина, Л.М. Воронова, В.И. Копылов. *Физическая мезомеханика* **16**, 6, 71 (2013). [M.V. Degtyarev, T.I. Chashchukhina, L.M. Voronova, V.I. Kopylov. *Physical Mesomechanics* **16**, 4, 297 (2013).]
- [14] C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard, N. Bozzolo. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **89**, 1, 012038 (2015).
- [15] Y.A. Betanda, A.-L. Helbert, F. Brisset, M.-H. Mathon, T. Waecklerlé, T. Baudin. *Mater. Sci. Eng.: A* **614**, 193 (2014).
- [16] H.W. Zhang, X. Huang, R. Pippan, N. Hansen. *Acta Materialia* **58**, 5, 1698 (2010).
- [17] М.Е. Дриц, П.Б. Будберг, Г.С. Бурханов, А.М. Дриц, В.М. Пановко. *Свойства элементов: Справ. Металлургия*, М. (1985). 672 с.
- [18] M. El-Tahawy, Y. Huang, T. Um, H. Choe, J.L. Lábár, T.G. Langdon, J. Gubicza. *J. Mater. Res. Technol.* **6**, 4, 339 (2017).
- [19] L.M. Voronova, M.V. Degtyarev, T.I. Chashchukhina, Yu.G. Krasnoperova, N.N. Resnina. *Mater. Sci. Eng.: A* **639**, 155 (2015).
- [20] М.В. Дегтярев, Л.М. Воронова, Т.И. Чашухина, В.П. Пилюгин, Н.Н. Реснина. *ФММ* **118**, 3, 270 (2017). [M.V. Degtyarev, L.M. Voronova, T.I. Chashchukhina, V.P. Pilyugin, N.N. Resnina. *Phys. Metal. Metallogr.* **118**, 3, 256 (2017).]
- [21] K.Yu. Karamyshev, T.I. Chashchukhina, L.M. Voronova, M.V. Degtyarev, N.N. Resnina. *Phys. Metal. Metallogr.* **126**, 7, 803 (2025).
- [22] T. Knudsen, W.Q. Cao, A. Godfrey, Q. Liu, N. Hansan. *Metall. Mater. Trans. A* **39**, 430 (2008).
- [23] A.T. Krawczynska, M. Kerber, P. Suchecki, B. Romelczyk-Baishya, M. Lewandowska, D. Setman. *Mater. Sci. Eng.: A* **808**, 140913 (2021).

Редактор Е.В. Толстякова