



## Strathprints Institutional Repository

**Konkova, Tatyana and Mironov, S. and Korznikov, A. and Myshlyaev, Michail (2012) Разделение механических двойников и двойников отжига посредством EBSD. Физическая мезомеханика, 15 (3). pp. 101-104. ISSN 1683-805X ,**

This version is available at <http://strathprints.strath.ac.uk/58584/>

**Strathprints** is designed to allow users to access the research output of the University of Strathclyde. Unless otherwise explicitly stated on the manuscript, Copyright © and Moral Rights for the papers on this site are retained by the individual authors and/or other copyright owners. Please check the manuscript for details of any other licences that may have been applied. You may not engage in further distribution of the material for any profitmaking activities or any commercial gain. You may freely distribute both the url (<http://strathprints.strath.ac.uk/>) and the content of this paper for research or private study, educational, or not-for-profit purposes without prior permission or charge.

Any correspondence concerning this service should be sent to Strathprints administrator: [strathprints@strath.ac.uk](mailto:strathprints@strath.ac.uk)

# **Разделение механических двойников и двойников отжига посредством EBSD**

Т. Н. Конькова<sup>1</sup>, С. Ю. Миронов<sup>1,2</sup>, А. В. Корзников<sup>1</sup>, М. М. Мышляев<sup>3,4</sup>

<sup>1</sup>*Учреждение Российской академии наук Институт Проблем Сверхпластичности Металлов РАН, Уфа, ул. Халтурина, 39, 450001, Россия*

<sup>2</sup>*Университет Тохоку, Департамент Обработки Материалов, Высшая Школа Инженеров, Сендай, Арамаки-аза-Аоба, 6-6-02, 980-8579, Япония*

<sup>3</sup>*Учреждение Российской академии наук Институт Металлургии и Материаловедения им. Байкова РАН, Москва, Ленинский проспект, 49, 119991, Россия*

<sup>4</sup>*Учреждение Российской академии наук Институт физики твердого тела РАН, Московская обл., Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2, 142432, Россия.*

УДК 669.3:539.89:539.25

Рассмотрен метод разделения механических двойников и двойников отжига на основе измерения отклонения разориентировки на их границах от  $\Sigma 3$  посредством автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Показана эффективность метода при изучении частично рекристаллизованных структур, содержащих оба типа двойников.

**Ключевые слова:** Материалы с низкой энергией дефекта упаковки; EBSD; Двойники.

**Keywords:** Materials with low stacking fault energy; EBSD; Twins.

## 1. Введение

В некоторых ГЦК металлах с относительно низкой энергией дефекта упаковки (аустенитных сталях, латуни и даже меди) возможно формирование как механических двойников в ходе деформации, так и двойников отжига при рекристаллизации и/или росте зерен. В частично рекристаллизованных структурах таких материалов могут сосуществовать двойники обоих типов. Иногда представляет интерес определение доминирующей разновидности двойников. Для этого нужен четкий критерий, позволяющий отличать механические двойники от двойников отжига.

В качестве подобного критерия может служить специфическая морфология двойников. Так, общепринято считать, что деформационные двойники имеют клиновидную или линзообразную форму и являются относительно узкими. С другой стороны, двойники отжига нередко характеризуются прямоугольной формой и являются относительно широкими. При кажущейся простоте этого подхода, он представляется достаточно трудоемким (так как подразумевает визуальный анализ большого числа двойников) и субъективным.

В качестве более объективного критерия может выступать разориентировка на двойниковых границах. На момент своего образования механические двойники, как и двойники отжига в ГЦК металлах,

характеризуются одинаковой разориентацией по отношению к матрице –  $60^\circ\langle 111 \rangle$ . Однако в ходе последующей пластической деформации разориентировка на границах механических двойников обычно отклоняется от своего первоначального значения [1]. Этот факт и может быть использован для разделения механических двойников и двойников отжига.

Использование данного подхода подразумевает многократное измерение разориентировки вдоль границ двойников. Для подобной работы наилучшим образом подходит метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD).

Данная статья посвящена тестированию этого “кристаллографического” метода анализа природы двойников. С этой целью при помощи EBSD будут сначала оценены отклонения разориентировки на границах двойников на примере двух модельных материалов – содержащих либо двойники отжига, либо механические двойники. Затем полученный опыт будет использован для исследования частично рекристаллизованной структуры, включающей в себя двойники обоих типов.

На всех EBSD картах, приведенных в данной статье, малоугловые границы (МУГ) обозначены тонкими темными линиями, большеугловые границы (БУГ) – толстыми темными линиями, а границы двойников (в пределах  $5^\circ$  отклонения от  $\Sigma 3$ ) – толстыми серыми линиями. В качестве критерия, разделяющего МУГ и БУГ, использовалась разориентировка  $15^\circ$ .

## 2. Модельные материалы

### 2.1. Двойники отжига

В качестве модельного материала, содержащего двойники отжига, была выбрана аустенитная сталь в хорошо отожженном состоянии. Фрагмент EBSD карты структуры этого материала представлен на рис. 1а. Как следует из рисунка, морфология и толщина двойников, видимых на шлифе, существенно варьируются. Однако характерной чертой подавляющего большинства двойников является относительное постоянство разориентировки на их границах. На EBSD карте данный факт проявляется в том, что двойниковые границы однородно окрашены в серый цвет, что означает, что максимальное отклонение разориентировки от  $\Sigma 3$  не превышает  $5^\circ$  вдоль всей протяженности границ.

Спектр разориентировок исследуемой структуры приведен на рис. 1б. На распределениях границ по углам и осям разориентаций отчетливо выделяются двойниковые максимумы около  $60^\circ$  и полюса  $\langle 111 \rangle$ . В качестве отличительной черты этих пиков можно отметить их остроту, которая означает, что отклонения от точно двойникового сопряжения являются относительно небольшими.

Распределение измеренных отклонений разориентировки двойниковых границ от идеальной  $\Sigma 3$  (в пределах интервала Брендона) дано на рис. 1в. В

подавляющем большинстве случаев ( $\sim 87\%$ ) выявленные отклонения находятся в диапазоне экспериментальной погрешности EBSD ( $\sim 2^\circ$ ).

Таким образом, можно заключить, что, как и следовало ожидать, разориентировка на границах двойников отжига очень близка к идеальному соотношению  $60^\circ\langle 111 \rangle$ .

## ***2.2. Механические двойники***

Для получения структуры, содержащей механические двойники, технически чистая медь была прокатана при криогенной температуре до степени обжатия 50%. Методика эксперимента более подробно изложена в работе [2]. Фрагмент EBSD карты структуры этого материала представлен на рис. 2а. Как следует из рисунка, механические двойники, действительно, зачастую характеризуются линзообразной или клиновидной морфологией и являются относительно дисперсными. Следует подчеркнуть при этом, что в структуре встречаются двойники самой разнообразной формы. Отличительной же чертой большинства двойников служит непостоянство разориентировки на их границах. На EBSD карте это проявляется в том, что вдоль границ двойников серые сегменты (подразумевающие близость разориентировки к  $\Sigma 3$ ) чередуются с черными сегментами (означающими произвольный характер разориентации). Несколько характерных примеров выделены на рисунке.

Спектр разориентировок структуры модельного материала приведен на рис. 2б. В качестве характерной черты двойниковых максимумов на распределениях границ по углам и осям разориентации можно отметить их размытость в относительно широком интервале. Данное наблюдение в интегральной форме подтверждает наличие существенных отклонений разориентировок на двойниковых границах от идеального соотношения  $60^\circ\langle 111 \rangle$ .

Распределение отклонений разориентаций на двойниковых границах от  $\Sigma 3$  (в пределах интервала Брендона) дано на рис. 2в. В 73% случаев величина отклонений превышала экспериментальную погрешность EBSD.

Таким образом, для границ механических двойников характерны существенные отклонения разориентировки от точно двойникового сопряжения.

### **3. Частично рекристаллизованная структура**

Для получения частично рекристаллизованной структуры, содержащей как механические двойники, так и двойники отжига, технически чистая медь была прокатана до величины обжатия 93% при криогенной температуре, а затем подвергнута длительной ( $\sim 1.5$  года) выдержке при комнатной температуре. Методика эксперимента более подробно изложена в работе [2]. Как известно, криогенно деформированная медь склонна к рекристаллизации

при отогреве до комнатной температуры [3,4], что и было использовано в представленной работе.

Как следует из EBSD карты, представленной на рис. 3а, сформировавшаяся структура представляет собой совокупность сильно вытянутых зерен, содержащих развитую субструктуру, и относительно равноосных крупных кристаллитов, практически свободных от МУГ. Иными словами, структура, действительно, является частично рекристаллизованной. Крупные рекристаллизованные зерна характеризуются наличием двойников с относительно постоянной разориентировкой на границах (двойники отжига), а в деформированных кристаллитах расположены остатки механических двойников (пример отмечен стрелкой на рисунке).

Как видно на рис. 3б, двойниковые максимумы на спектре разориентировок являются достаточно узкими. Это позволяет предположить преобладание в структуре двойников отжига.

С другой стороны, прямые измерения отклонений разориентировки на двойниковых границах (рис. 3в) свидетельствуют, что в  $\sim 58\%$  случаев их величина находится в пределах экспериментальной погрешности. На основании этого можно заключить, что в рассматриваемой структуре преобладают двойники отжига.



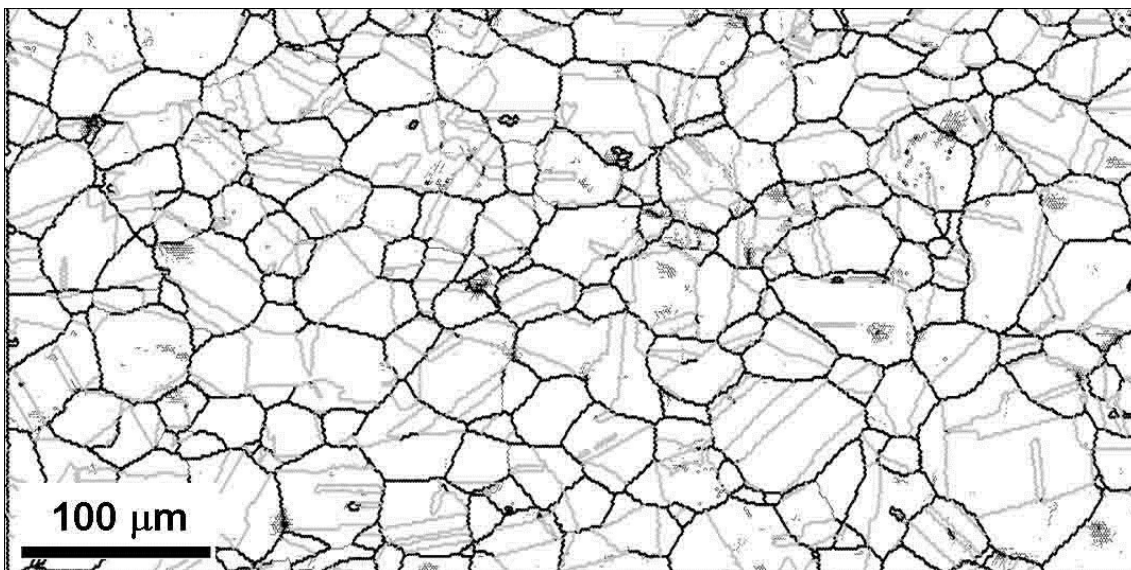
#### 4. Заключение

В данной работе обсуждалась методика разделения механических двойников и двойников отжига на основе измерения отклонений разориентировки на их границах от точно двойникового сопряжения посредством EBSD. Установлено, что разориентация границ двойников отжига очень близка к  $\Sigma 3$ , в то время как на границах механических двойников её величина существенно отклоняется от идеального соотношения. Показано, что предложенная методика может быть успешно использована для выявления преобладающего типа двойников в частично рекристаллизованной структуре.

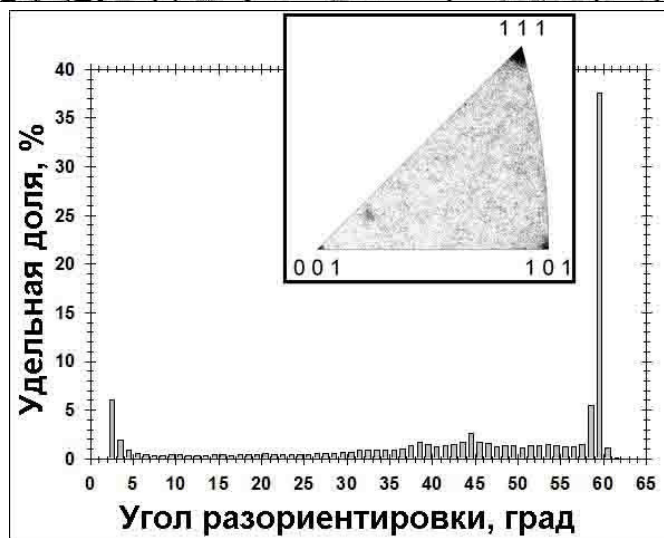
Авторы признательны профессору Салищеву Г. А. за идею проекта по исследованию криогенных деформаций меди, в рамках которого была выполнена данная работа. Кроме того, они выражают свою благодарность к.т.н. Галееву Р. М. и к.т.н. Валиахметову О. Р. за предоставление исходного материала для криогенной деформации, а также к.ф.-м.н. Даминову Р. Р. за помощь при проведении эксперимента по прокатке.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

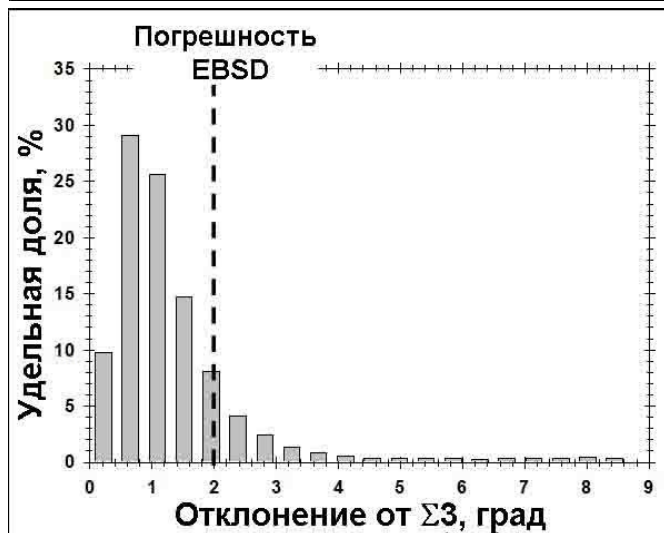
- [1] *Нестерова Е.В. и Рыбин В.В.* Механическое двойникование и фрагментация технически чистого титана при больших пластических деформациях // ФММ. – 1985. – Т. 59. – С. 395-406.
- [2] *Konkova T., Mironov S., Korznikov A., and Semiatin S.L.* Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling, *Acta Mater.*, 58 (2010) 5262.
- [3] *Meingelberg H.D., Meixner M., Lucke K.* The kinetics of the recrystallization of copper deformed at low temperatures, *Acta Metal.*, 13 (1965) 835.
- [4] *Гиндин И.А., Лазарев Б.Г., Стародубов Я.Д., Лазарева М.Б.* О низкотемпературной рекристаллизации меди, прокатанной при 77 и 20°К // ДАН СССР. – 1966. - Т. 171. С. 552-554.



а



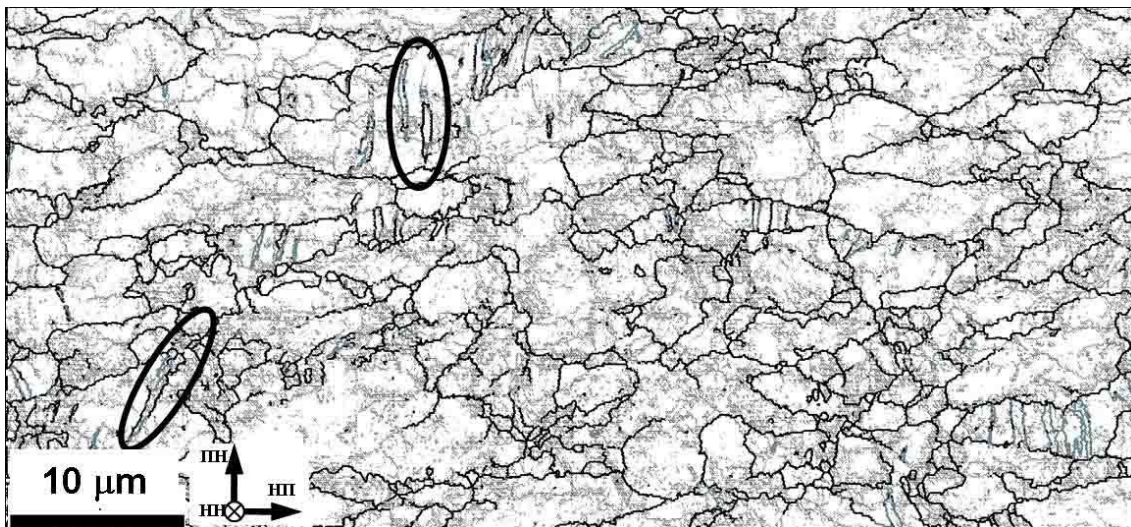
б



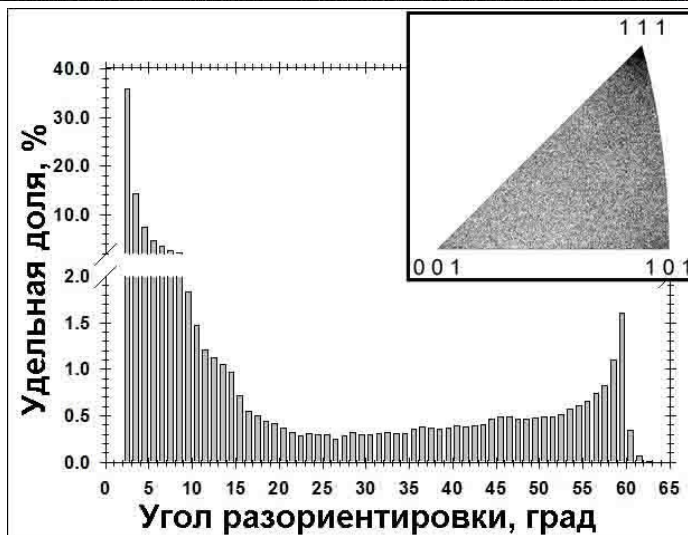
в

Рис. 1. Структура с преобладанием двойников отжига: (а) EBSD-карта, (б) спектр разориентировок (распределение по осям разориентации дано в

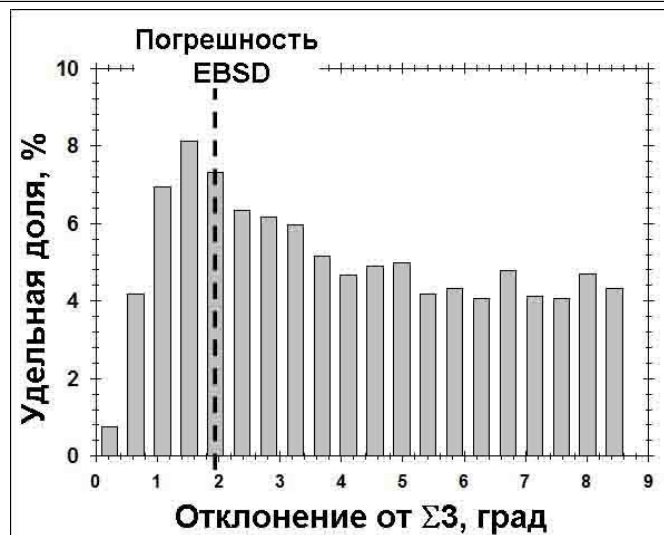
верхней части рисунка), (в) отклонение разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$ .



а

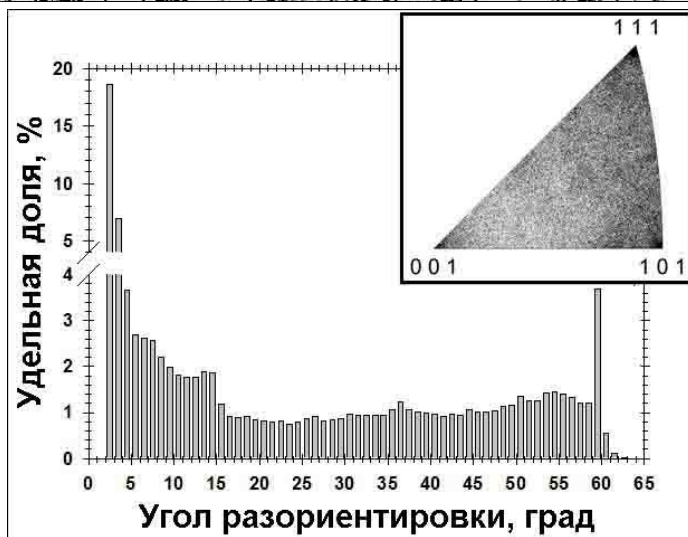
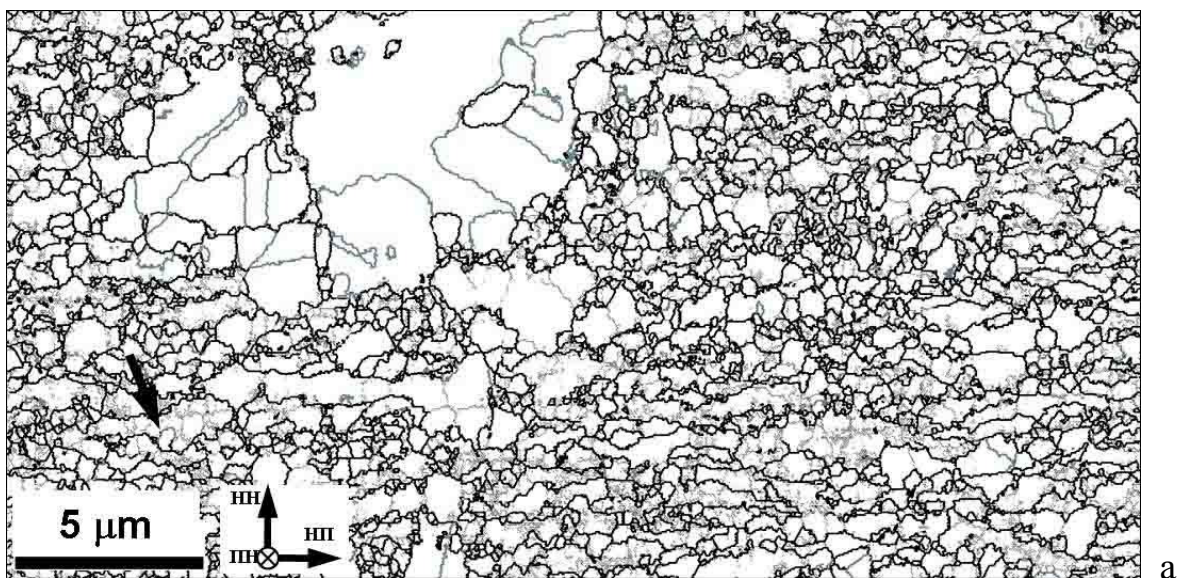


б



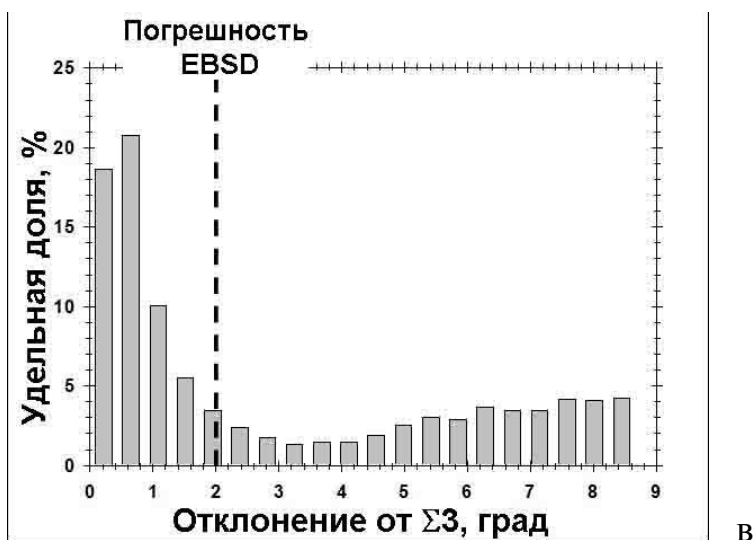
в

**Рис. 2.** Структура, содержащая механические двойники: (а) EBSD-карта, (б) спектр разориентировок (распределение по осям разориентации дано в правом верхнем углу), (в) отклонение разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$ . Подробности изложены в тексте статьи.



а

б



**Рис. 3.** Частично рекристаллизованная структура: (а) EBSD-карта, (б) спектр разориентировок (распределение по осям разориентации дано в правом верхнем углу), (в) отклонение разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$ . Подробности изложены в тексте статьи.