

GUSTAW ZABOROWSKI

Instytut Metali Nieżelaznych
Katedra MetaloznawstwaWARUNKI WYSTĘPOWANIA REKRYSZTALIZACJI WTORNEJ
W STOPIE 50% Ni+50%Fe^x)1. Wstęp

Rekrystalizacja wtórna, nazywana również selektywnym, nadmiernym lub nienormalnym rozrostem ziarn, objawia się bardzo szybkim rozrostem niektórych ziarn kosztem zrekrystalizowanej otaczającej, drobnodziarnistej osnowy. W odróżnieniu od krytycznego rozrostu ziarn po kilkuprocentowym zgnioście na zimno i wyżarzaniu rekrystalizacja wtórna, powstaje w metalach po dużych zgniotach na zimno w zakresie 30-99%, w zależności od rodzaju metalu lub stopu. Temperatura rekrystalizacji wtórnej dla jednofazowych metali lub stopów w obecności dużego zgniotu jest o kilkaset stopni wyższa niż temperatura rekrystalizacji pierwotnej. W przypadku fazy wydzielonej temperatura rekrystalizacji wtórnej jest nieco wyższa od temperatury granicznej rozpuszczalności fazy wydzielonej [1].

Kinetyka rekrystalizacji wtórnej wg Burke i Turnbulla [2] jest zgodna z kinetyką procesu rekrystalizacji pierwotnej i może być opisana przy pomocy prędkości zarodkowania i rozrostu ziarn. Siłą napędową procesu jest napięcie powierzchniowe granic ziarn, przy czym nieznaczny zgniot skraca okres inkubacji i przyspiesza rozrost ziarn wtórnych. Koniecznym warunkiem dla przebiegu rekrystalizacji wtórnej jest hamowana rekrystalizacja pierwotna. Czynnikiem hamującym może być wysoki stopień określonej orientacji (tekstury) ziarn rekrystalizacji pierwotnej lub dyspersyjnie wydzielona faza. Opinie w zakresie przyczyn występowania rekrystalizacji wtórnej są podzielone. Bowles i Boas [3] sądzą, że wtórna rekrystalizacja jest wynikiem sprzyjającej orientacji (tekstury) ziarn pierwotnych. Rathenau i Custers [4] uważają, że re-

x) Część pracy doktorskiej.

krystalizacja wtórna zachodzi dzięki większej doskonałości ziarn wtórnych o niższej energii swobodnej. Jeffircs [5] twierdzi, że siłą napędową jest kontrast ziarn i gradient temperatury lub deformacji.

2. Badania własne

Badania niektórych warunków występowania rekrystalizacji wtórnej przeprowadzono w stopie o składzie 50% Ni z dodatkiem 0,1-0,3% Mn, reszta żelazo. Stop wytopiono w piecu próżniowym, odtleniono go węglem. W stopie stwierdzono 0,012% Si, 0,028% C i 0,010% S.

Stop ujednorodniono w 1050°C przez 24 godz. Część stopu przewalcowano na gorąco (gniot całkowity 80%), zaś drugą część przewalcowano na zimno (zgniotem sumarycznym 80%).

Wyżarzanie rekrystalizujące dla obu stanów przeprowadzono w 700°C przez 2 godz. dla uzyskania wielkości ziarn od 20÷30 μ i w 1250÷1300°C przez 32 godz. dla uzyskania wielkości ziarna od 5000÷10000 μ . Tak przygotowany materiał walcowano jednokierunkowo zgniotami całkowitymi 80, 85, 90, 94, 96 i 98%.

Obróbkę cieplną materiału po gorącym walcowaniu gniotem 80% przeprowadzono w temperaturach 650, 750, 850, 950, 1050, 1150 i 1250°C przez 2, 8 i 32 godz., zaś po zgniotcie na zimno (zgniot 80-98% o wyjściowej wielkości ziarna 20÷30 μ i 5000÷10000 μ) przeprowadzono w temperaturach 950, 1050, 1150 i 1250°C przez 1 min. do 72 godz. (Czas ten zmieniał się w zależności od temperatury wyżarzania). We wszystkich w/w warunkach obróbki cieplnej próbki wkładano do nagrzanego pieca o podanych temperaturach.

Druga seria badań objęła wpływy dodatkowe, tj. podgrzewanie próbek z szybkością 100 i 10°C/godz., wstępne wyżarzanie rekrystalizujące w niższej temperaturze, wyżarzanie próbek o zgniotach 80-98% z naniesionymi odciskami kulką 2,5 mm oraz z popekanymi krawędziami i przegięciami.

Obserwacje makro i mikroskopowe przeprowadzono na zgładach polerowanych i trawionych elektrolitycznie o powierzchni od 3÷5 cm².

2.1. Omówienie wyników badań.

a) Materiał po gorącym walcowaniu wyżarzany w zakresie od 700-950°C przez 2, 8 i 32 godz. praktycznie nie wykazuje zmiany wielkości ziarna. Rekrystalizacja wtórna występuje

w tym stanie materiału w 1050, 1150 i 1250°C odpowiednio po około 32 godz., 5 i 1 min. Szybkość rozrostu oraz ilość zarodków ziarn wtórnych wzrasta ze wzrostem temperatury. W początkowym okresie szybkość rozrostu ziarn wtórnych w 1150°C wynosi około 100 μ /min., zaś w 1250°C powyżej 500 μ /min.

Wolne podgrzewanie próbek w zakresie 300-950°C z szybkością 10°C/godz. zmniejsza ilość zarodków i przedłuża okres inkubacji dla rekrytalizacji wtórnej.

b) Materiał o zgnioście 80÷98% i wyjściowej wielkości ziarn 15÷30 μ

Próbki po uprzedniej przeróbce plastycznej na zimno wyżarzane w 950°C przez 30, 120, 240, 480 min. nie wykazują rekrytalizacji wtórnej w całym zakresie zgniotów. Po 32 godz. wyżarzania w próbkach w miarę wzrostu zgniotu zanika ilość zarodków rekrytalizacji wtórnej z jednoczesnym bardzo szybkim porządkowaniem ($\sim 45^\circ$) i zanikiem układów bliźniaczych. Kształt ziarn rekrytalizacji pierwotnej ze wzrostem zgniotu zmienia się od poliedrycznych do poligonalnych. Prędkość rozrostu ziarn wtórnych bardzo szybko spada ze spadkiem zgniotu. Po 72 godz. wyżarzania praktycznie nie zauważa się zmian w zakresie dużych zgniotów (powyżej 90% zgniotu brak wtórnych ziarn). Dla zgniotów 80 i 85% oraz w mniejszym stopniu dla 90% ilość ziarn wtórnych jest większa jak dla czasu 32 godz. a ich wielkość jest znacznie zróżnicowana. Wielkość ziarn wtórnych jest w zakresie 0,12÷0,20 mm a więc 5÷8-krotnie większa od otaczającej osnowy. Praktycznie wielkość ziarna rekrytalizacji pierwotnej, szczególnie dla większych zgniotów (znacznie doskonalsza tekstura kubiczna), nie zmienia się w zakresie 30÷4320 min. wyżarzania.

Próbki po zgniotach 80-98% i uprzedniej przeróbce plastycznej na gorąco w zakresie 80-90% zgniotu wykazują znacznie większą ilość i wielkość ziarn wtórnych. Ziarna charakteru wtórnego występują już po 30 min. wyżarzania. Silniejszy rozrost tych ziarn zachodzi dopiero po 32 godz. Podobnie jak w poprzednich próbkach po zgniotach powyżej 90% ziarna wtórne występują w małej ilości. Ich szybkość rozrostu jest znaczna w porównaniu z mniejszymi zgniotami i pojawiają się po 32 godz. Ilość bliźniaków w tym materiale jest znacznie większa a granice ziarn rekrytalizacji pierwotnej bardziej proste o mniejszej ilości boków. Większy stopień dezorientacji po zgnioście na zimno i większa ilość bliźniaków są przyczyną większej ilości zarodków rekrytalizacji wtórnej.

Próbki wstępnie walcowane na zimno i wyżarzane w 1050°C, wykazują wtórne ziarna po 80 i 85% zgniotu już po 30 min. wy-

żarzenia. Szybkość ich rozrostu jest mała w porównaniu z próbkami o większym zgnioście wyjściowym. Ziarna wtórne zarodkowane od brzegu próbki dla zgniotu 90-98% pojawiają się po 120 min. wyżarzenia, szybkość ich rozrostu jest znacznie większa jak poprzednich.

Często spotykane, bardzo duże ziarna wtórne o powierzchni kilku cm^2 obserwuje się w zakresie 96-98% po 480 min. wyżarzenia a w zakresie 90-98% po 960 min. Orientacja ziarn wtórnych jest różna a układ bliźniaków różnokierunkowy.

Zatem ze wzrostem zgniotu wzrasta okres inkubacji i szybkość rozrostu ziarn wtórnych przy zwiększonym oporze ich zarodkowania.

Próbki wstępnie walcowane na gorąco wyżarzane w 1050°C wykazują znacznie krótsze okresy inkubacji oraz większą częstotliwość zarodkowania ziarn wtórnych w całym zakresie zgniotów. Już po 30 min. wyżarzenia w 1050°C ziarna wtórne ogiągają wielkość do 0,3 mm dla zgniotu 80-85% a dla zgniotu 94-98% po 480-960 min. od 10-50 mm.

Próbki wstępnie walcowane na zimno wyżarzane w 1150°C wykazują już po 5 min. wyżarzenia ziarna wtórne 0,12-0,15 mm dla zgniotu 85%. Powyżej tego zgniotu rekrytalizacji wtórnej nie obserwuje się. Po 30 min. wyżarzenia w całym zakresie zgniotów pojawiają się ziarna wtórne, przy czym ich wielkość zmienia się od 0,09 do 30 mm. Podobnie jak dla temperatur 950 i 1050°C ze wzrostem zgniotu ilość zarodków zmniejsza się a prędkość rozrostu jest znacznie większa. Po wyżarzeniu w 60 i 120 min. wielkość ziarn wtórnych mieści się w granicach 10-40mm, przy czym powyżej 94% zgniotu występują tylko ziarna wtórne a poniżej obok wtórnych od 70-5% ziarn pierwotnych tym mniej im wyższy zgniot.

Próbki wstępnie walcowane na gorąco po zgnioście 80-94% i wyżarzone w 1150°C po 5 min. wykazują wtórne od 0,12-7mm, przy czym ze wzrostem zgniotu ziarna wtórne rosną z większą szybkością. Dla dłuższego czasu wyżarzenia, tj. 60 i 120 min. rekrytalizacja wtórna występuje w całym zakresie zgniotów od 80-98% a wielkość ziarn wynosi od 0,25-40 mm, przy czym dla zgniotu 80 i 85 występują jeszcze ziarna pierwotne w ilości 30-40%, dla wyższych zgniotów występują tylko wtórne.

Próbki wyżarzane w 1250°C już po 1 min. wykazują rekrytalizację wtórną w zakresie 80-90% zgniotu a po 5 min. w całym zakresie zgniotów. Orientacja ziarn wtórnych różnokierunkowa z różnokierunkowymi układami bliźniaków. Zestawiając otrzymane wyniki, okresy inkubacji do wywołania rekrytalizacji wtórnej zależą od stanu wyjściowego zgniotu i tem-

peratury wyżarzania. W temperaturze 950°C okres inkubacji wynosi około 32 godz. i wzrasta ze wzrostem zgniotu, przy czym dla mniej idealnej orientacji ziarn pierwotnych (wyjściowa przeróbka plastyczna na gorąco) ziarna charakteru wtórnego pojawiają się już po 30 min.

W 1050°C okres inkubacji wynosi 30 min., w 1150°C - 5 min. a w 1250°C tylko 1 min. Wpływ stanu wyjściowego i zgniotu jest analogiczny do opisanego w 950°C.

c) Materiał o zgniocie 80-98% i wyjściowej wielkości ziarna 3000-10000 μ

Próbki wstępnie walcowane na gorąco gniotem 80% oraz na zimno zgniotem 80% w stanie podanym w tytule pktu c) wyżarzane w 950, 1050, 1150 i 1250°C razem z próbkami opisanymi w pktcie b), wykazują wyraźnie odmienną strukturę. Ilość zarodków rekrytalizacji wtórnej jest duża a szybkość rozrostu znacznie mniejsza w zakresie badanych zgniotów i temperatur. Hamujący wpływ na rozrost ziarn wtórnych wynika z małej doskonałości orientacji ziarn pierwotnych oraz różnokierunkowości ziarn wtórnych. Obserwacje zglądów mikro i makroskopowych wykazują wyraźną pasmowość struktury ziarnistej oraz różną orientację krystalograficzną ziarn pierwotnych w poszczególnych pasmach w zależności od orientacji dużych ziarn wyjściowych poddanych zgniotowi. Pasma wykazujące orientację zbliżoną do kubicznej wykazują duży opór do zarodkowania ziarn wtórnych, przedłużony okres inkubacji oraz dużą szybkość rozrostu, pasma ziarn pierwotnych o orientacji mieszanej zachowują się odwrotnie.

Taki układ struktury przyspiesza zarodkowanie ziarn wtórnych, przy jednoczesnym hamującym działaniu różnej orientacji osnowy do szybkiego selektywnego rozrostu ziarn wtórnych.

Okresy inkubacji rozrostu wtórnego w zakresie badanych temperatur są więc znacznie krótsze i wynoszą:

dla 950°C	-	poniżej 250 min.
" 1050	-	" 120 min.
" 1150	-	" 5 min.
" 1250	-	" 1 min.

Ze wzrostem zgniotu w zakresie 80 do 98% wielkość ziarn wtórnych oraz szybkość rozrostu wzrasta. Wzrost ten jest wielokrotnie niższy w porównaniu z drobnoziarnistym materiałem wyjściowym przy jednocześnie wielokrotnie łatwiejszym zarodkowaniu ziarn wtórnych.

Wielkość ziarn wtórnych po wyżarzeniu w 950°C zmienia się 0,15-0,8 mm i praktycznie nie zależy od czasu. W 1050°C ziar-

na wtórne mieszczą się w zakresie 0,12–3 mm, przy czym ze wzrostem czasu wyżarzania zmniejsza się ilość ziarn pierwotnych.

W 1150°C ziarna wtórne wynoszą 0,09–6 mm z zanikiem znacznie szybszym ziarn pierwotnych a w 1250°C po 5 i 30 min. wyżarzania praktycznie występują tylko ziarna wtórne o wielkości 0,12–2 mm. Podobnie jak dla próbek po gorącym walcowaniu (pkt a) wyżarzonych w 1250°C końcowa wielkość ziarn wtórnych jest mniejsza jak dla niższych temperatur wyżarzania. Wynika to z większej częstotliwości zarodkowania ziarn wtórnych i ich szybkiego rozrostu. Po zetknięciu się pierwotnych ziarn dalszy ich rozrost jest wolny i odpowiadać może kinetyce normalnego rozrostu ziarn.

Podobnie jak w materiale drobnoziarnistym, próbki po wstępnym walcowaniu na gorąco wykazują w krótszym czasie pojawienie się ziarn wtórnych (mniejszy okres inkubacji), co spowodowane jest mniejszym hamującym działaniem tekstury.

d) Materiał po zgnioście 80–98% wstępnie zrekrystalizowany w 700°C przez 2 godz. podobnie jak wolniejsze podgrzewanie próbek do temperatury rekrytalizacji wtórnej przedłuża okres inkubacji oraz powoduje spadek ilości zarodków. Przyjmując obie hipotezy rekrytalizacji wtórnej wywołanej hamującymi czynnikami jak tekstura i wydzielona faza po wstępnej rekrytalizacji czy też wolniejszym podgrzewaniem próbek zachodzi w większym stopniu dyspersyjne wydzielenie mniej spontaniczne tworzenie się tekstury rekrytalizacji likwidacja zarodków wtórnych o mniej sprzyjającej orientacji, usunięcie niejednorodności naprężeń i odkształceń. Wszystkie te procesy prowadzą do obniżenia energii swobodnej układu a więc zwiększenia okresu inkubacji i zmniejszenia ilości zarodków. Celowo wykonane odciski kulką ϕ 2,5 mm w taśmie o zgnioście 80–98% nie wywołuje przyspieszenia i wzrostu zarodków wtórnych, podczas gdy plastyczne odkształcenia (zgięcie) taśmy o zgnioście 98% i następne wyżarzanie w wyższych temperaturach wywołuje w miejscu zgięcia zarodkowanie wtórnej rekrytalizacji. Podobnie zachowują się strefy materiału przy popękanych krawędziach podczas walcowania. Ilość zarodków w tych miejscach jest duża, okres inkubacji krótszy a szybkość rozrostu znacznie mniejsza. Tak więc nierównomierny rozkład odkształceń wywołuje powstawanie rekrytalizacji wtórnej.

3. Wnioski

Rekrytalizacja wtórna w stopie 50% Ni+50% Fe występuje w materiale nie tylko po dużych zgniotach na zimno (80-98%), ale również po gorącym walcowaniu, gdzie tekstura rekrytalizacji pierwotnej jest słabo wykształcona. Stwierdzono, że ilość zarodków ziarn wtórnych oraz prędkość ich rozrostu zależy od historii materiału przed przedostatnim wyżarzaniem, wyjściowej wielkości ziarna, końcowego zgniotu jednorodności odkształceń, szybkości podgrzewania, doskonałości tekstury zgniotu i rekrytalizacji pierwotnej oraz temperatury wyżarzania.

Mała wyjściowa wielkość ziarna, duże zgnioty na zimno (powyżej 94%), jednorodność odkształceń prowadzą do dobrze wykształconej tekstury zgniotu i rekrytalizacji pierwotnej. W tych warunkach zarodkowanie ziarn wtórnych jest bardzo utrudnione, okres inkubacji jest znacznie dłuższy a szybkość rozrostu bardzo duża. Ziarna wtórne otrzymane w tych warunkach wykazują uprzywilejowaną orientację (teksturę). Zachodzi zatem uprzywilejowany rozrost zarodków ziarn wtórnych.

Duża prędkość podgrzewania, wysoka temperatura wyżarzania prowadzą do dużej ilości zarodków ziarn wtórnych. Niejednorodność odkształceń (zgięta taśma, poszarpane krawędzie podczas walcowania, nierównomierna lub b. duża wielkość ziarn, wstępna przeróbka plastyczna na gorąco w porównaniu z przeróbką na zimno) prowadzi do dużej ilości zarodków, krótszego okresu inkubacji i mniejszej prędkości rozrostu ziarn wtórnych.

Kinetyka rekrytalizacji wtórnej jest zatem bardzo zbliżona do kinetyki rekrytalizacji pierwotnej. Występowanie tego procesu jest związane nie tyle z dużymi zgniotami i obecnością fazy wydzielonej, lecz głównie z energią powierzchniową granic ziarn i mniejszą energią swobodną ziarn wtórnych. Występowanie okresu inkubacji związane jest z przebudową i rozwojem uprzywilejowanych w stosunku do osnowy zarodków wtórnych. W niższych temperaturach, w których nie obserwuje się rekrytalizacji wtórnej, proces ten również zachodzi, jednakże okres inkubacji zarodków jest bardzo długi, tak że obserwuje się tylko normalny rozrost ziarna. Hamujące działanie tekstury i fazy wydzielonej jest jeszcze bardziej silne w niższych temperaturach przy obserwowaniu normalnego rozrostu.

LITERATURA

- [1] P.A.Beck, M.L.Holzworth, P.R.Sperry - Trans AIME Metals Techn.
- [2] I.E.Burke, D.Tarnbull - Progress in Metal Physics 3, 1952.
- [3] S.Bowles, W.Boas - I. Inst. Metals 74, 1948, 501.
- [4] G.W.Ratneau, I.F.H.Custers - Philips Resarch Reports 4, 1949, 241.
- [5] Zay Jeffircs - Trans. AIME 56, 1916, 571.