Seria: MECHANIKA z. 43

LUCJA CIEŚLAK, DANUTA SZEWIECZEK, JAN MARCINIAK Katedra Metaloznawstwa

WPŁYW WIELOKROTNEGO WYŻARZANIA NA MIGRACJE GRANIC ZIARN

<u>Streszczenie</u>. Badano wpływ wielokrotnego wyżarzania na przemieszczanie się granic ziarn aluminium i cynku. Stwierdzono, że wielokrotne wyżarzanie próbek poddanych wstępnie zgniotowi prowadzi do przemieszczeń granic ziarn, ujawnionych zastosowaną metodą elektrolitycznego polerowania i trawienia przed lub po pierwszym cyklu wyżarzania. Próbki nie podane odkształceniu plastycznemu przed obróbką cieplną wykazują migrację granic na małe odległości. Wielkość przemieszczenia granic zależy od kształtu granic i szybkości nagrzewania.

Przegląd piśmiennictwa

Migracja ziarn jest samodyfuzyjnym aktywowanym cieplnie procesem wyrażającym dążność metalu do osiągnięcia najniższej energii swobodnej. W metalach wyżarzanych siłą napędową jest swobodna energia powierzchniowa. Zmiany jej następują przede wszystkim poprzez zwiększanie się promienia krzywizny granic ziarn [1,2,3,4].

Granice ziarn najczęściej stykają się po trzy w jednym punkcie. Są one tylko wtedy stabilne, gdy posiadają jednakowe napięcia powierzchniowe. Warunek ten spełniają ziarna (rozpatrując je na płaszczyźnie) o kształcie sześciokąta, mającego proste boki i kąty równe 120°. Najczęściej jednak pomiędzy sąsiadującymi granicami ziarn kąty są różne i przez migrację będą dążyły do stanu bardziej stabilnego.

Podczas wyżarzania maleje ilość ziarn na jednostkę objętości, w wyniku czego zwiększa się średnia wielkość pozostałych ziarn. Siła napędowa rozrostu ziarn jest stosunkowo duża, gdy powierzchnia całkowita wszystkich granic ziarn na jednostkę objętości

Nr kol. 265

metalu jest znaczna. Ruchliwość granic ziarn rośnie ze wzrostem temperatury [5].

Przyczyną migracji ziarn może być także różnica swobodnej energii objętościowej pomiędzy ziarnami. Zjawisko takie występuje wówczas, gdy po obu stronach granicy istnieją różne gęstości defektów struktury krystalicznej. Granice przesuwają się wówczas od swego środka krzywizny. Przykładem ruchu granic ziarn w wyniku zmiany energii zatrzymanej w czasie odkształcenia na zimno jest przesuwanie istniejących granic w odkształconym polikrystalicznym aluminium podczas wyżarzania [6,7]. Przesunięta granica pozostawia za sobą obszar, który w zasadzie jest wolny od dyslokacji i posiada identyczną orientację z ziarnem, od którego się ona oddaliła. W czasie rekrystalizacji migrująca granica jest powierzchnią rozdziału pomiędzy zrekrystalizowanym ziarnem a odkształconą osnową. Istnieje pogląd, że ruchliwość granicy określona jest tylko przez jej atomową strukturę [7].

Silnie hamujące działanie na proces migracji ziarn mogą wywierać atomy obce rozpuszczone w roztworze stałym oraz dyspersyjne cząstki drugiej fazy. Wpływ stopnia dyspersji wzrasta z obniżeniem siły napędowej migracji ziarn. Jeżeli w czasie migracji siła napędowa ziarna zrównoważy się z hamującym oddziaływaniem dyspersji, to rozrost ziarn ustaje [8].

W obszarach o małej ilości cząstek dyspersyjnych ziarna mogą się znacznie powiększyć. Wzrost napięcia powierzchniowego, powodowany różnicowaniem się wielkości ziarn, może doprowadzić do zaniku ziarn małych. Rozrośnięte w wyniku takiego przemieszczenia granic ziarna są $10^2 \div 10^3$ razy większe od ziarn osnowy.

Grubość próbki wpływa także na ruchliwość granic ziarn. Podczas wyżarzania, wskutek działania napięcia powierzchniowego, powstają zagłębienia wzdłuż linii przecięcia się granic ziarn z powierzchnią próbki. W czasie rozrostu ziarn te granice, które dochodzą do powierzchni próbki, mają skłonność pozostać w swych zagłębieniach, aż do wyrwania ich do wnętrza przez wędrówkę granic ziarn [9].

40

W pracy [10] wykazano, że podczas wyżarzania aluminium małe ziarna mogą pozostać nie pochłonięte przez otaczające je ziarna zrekrystalizowane. Może to nastąpić wtedy, gdy sąsiadujące ziarna posiadają położenie bliżniacze lub zbliżoną orientację. Wykazano również, że istnieją wzajemne orientacje sieci dla których ruchliwość granic jest duża [11, 12].

Mechanizm migracji granic ziarn oraz jego zależność od różnych parametrów nie jest dotychczas dostatecznie wyjaśniony. Dlatego podjęto bedania nad opracowaniem metody ujawniania przemieszczeń granic ziarn oraz określenia wpływu szybkości nagrzewania na migrację granic.

2. Badania własne

Do badań użyto aluminium o czystości 99,985% oraz cynku o czystości 99,99%. Przed obróbką cieplną metale wyżarzano lub odkształcono na zimno z 30,70 i 90% stopniem zgniotu.Cykl wyżarzania cbejmował dla aluminium nagrzewania z szybkością 10, 150 i 2000°C/s do temperatury 550°C z następnym chłodzeniem w wodzie lub na powietrzu. Cynk nagrzewano z szybkością 10 i 500°C/s do zakresu temperatury 250 ÷ 350°C oraz chłodzono w wodzie lub na powietrzu. Czas trwania cyklu wyżarzania konwencjonalnego aluminium wynosił 4 do 900 s,oraz 90 do 300 s.dla cynku. Dla wyżarzania udarowego 0,23 s dla aluminium oraz 0,36s dla cynku.

Opis urządzenia wraz z rejestratorem temperatury zamieszczono w pracy [13]. Zgłady do badań metalograficznych wykonano metodą elektrolitycznego polerowania i trawienia na próbkach przed lub po pierwszym cyklu wyżarzania. Składy chemiczne elektrolitów oraz parametry polerowania i trawienia zestawiono w tablicy 1.

Zmiany strukturalne rejestrowano za pomocą badań metalograficznych.

41

Tablica 1

Metal pole- rowa- ny	Skład chemiczny elektrolitu	Natęże- nie prą- du [A]	Napię- cie [V]	Czas [s]	R odzaj obróbki
AL	Kwas nadchlorowy 50cm ³	300÷450	30÷40	40 ÷ 60	pole ro- wani e
	alkohol metylowy 850 " woda destylowana 100 "	15 : 20	5 : 7	1÷ 2	trawie- nie
Zn	45% kwas fosforowy	120÷150	2,5	200÷300	polero- wanie
	0	20÷30	0,4÷0,6	2÷3	trawie- nie

3. Wyniki badań i ich dyskusja

Zastosowana metoda elektrolitycznego polerowania i trawienia próbek przed lub po pierwszym cyklu wyżarzania pozwoliła na ujawnienie i obserwację kolejnych położeń granic ziarn po wielokrotnych cyklach obróbki cieplnej. Najkorzystniejszy obraz strukturalny migrujących granic otrzymano na tle zgładów wykonanych po wyżarzaniu rekrystalizującym uprzednio zgniecionych próbek (rys. 1 i 2). Ślady przemieszczających się granic są wtedy wyraźniejsze niż na tle struktury zgniecionej (rys. 3 i 4).

Granice ziarn po rekrystalizacji charakteryzują się jasno trawiącymi obszarami przygranicznymi (rys. 5). Uważa się [7], że są to obszary wolne od dyslokacji, powstające za przemieszczającą się granicą.

Ujawnienie migrujących granic ziarn jest związane z powstawaniem na powierzchni zgładu mikrostopni w wyniku małych deformacji plastycznych, spowodowanych dużym gradientem temperatury wewnątrz próbki podczas oziębiania w wodzie, co prowadzi do procesów rekrystalizacji przy następnym wyżarzaniu. Fakt istnienia mikrostopni potwierdza możliwość nastawienia obrazu w mikroskopie na každy ze śladów przemieszczającej się granicy ziarna.

Przemieszczanie się granic ziarn na określoną odległość przy każdym cyklu wynika z niejednorodnego odkształcenia w obrębie ziarna. Największe odkształcenie występuje w obszarze przygranicznym, gdzie przy następnym wyżarzaniu mogą przybiegać procesy rekrystalizacji. Istnienie warunku okształcenia w obrębie granic ziarn potwierdzają próby cyklicznego wyżarzania z chłodzeniem na powietrzu, które nie ujawniły migrujących granic. Stąd wniosek, że dla obserwacji przemieszczeń granic konieczne jest małe odkształcenie, szczególnie obszarów przygranicznych i następna rekrystalizacja, co określa jednoznacznie temperaturę wyżarzania cyklicznego, jako wyższą od temperatury rekrystalizacji.

Kolejne położenie granic ziarn nie mogą być jednak traktowane jako wzrost powierzchniowy ziarn lecz jako rozrost ziarn w układzie trójwymiarowym. Obserwacje dotyczą więc wyjścia na powierzchnię granic znajdujących się wewnątrz. Jeden z możliwych wariantów takiego rozrostu przedstawia schemat na rys. 6 oraz odpowiadający temu obraz metalograficzny na rys. 7.



Rys. 6. Mechanizm ujawniania położenia granic ziarn pod powierzchnią zgładu

Ilość śladów tej samej granicy jest równa ilości przeprowadzonych cykli obróbki cieplnej i określa położenie granicy po każdym cyklu.

Na szybkość migracji granic ziarn wpływa kształt granicy, szybkość nagrzewania, czas wygrzewania oraz ilość cykli. Granice krzywoliniowe przemieszczają się na większe odległości niż prostoliniowe (rys. 8).

Często z dwu granic tego samego ziarna jedna przesuwa się na odległość wielokrotnie większą aniżeli druga (rys. 9). Ze wzrostem czasu wygrzewania odległości między śladami migrujących granic rośnie, natomiast wzrost ilości cykli i szybkości nagrzewania zmniejsza odległości (rys. 10). Niektóre granice ziarn już po kilku cyklach są stabilne i dalsze wyżarzanie nie powoduje zmiany ich położenia. Po wielu cyklach obróbki cieplnej, szczególne dla aluminium ziarna mają z reguły granice prostoliniowe i kąty zbliżone do 120° (rys. 11). W nieodkształconym wstępie metalu ślady przemieszczanych granic ziarn są nieliczne, zaś ich odległości bardzo małe (rys. 12).

Z przeprowadzonych badań wyciągnięto następujące wnioski:

- Zastosowana metoda wielokrotnego wyżarzania cyklicznego pozwala na ujawnienie położenia ziarn pod powierzchnią oraz śledzenie wpływu parametrów wyżarzania na mechanizm i szybkość migracji granic.
- 2. Ślady przemieszczających się granic ziarn odwzorowują deformację powierzchni zgładu (tworzenie się mikrostopni), w wyniku odkształcenia plastycznego podczas oziębiania i rekrystalizują przy następnym wyżarzaniu.
- Migracja granic zależy od kształtu granicy, czasu wygrzewania, ilości cyklu i szybkości wygrzewania.



Rys. 1



Rys. 3



Rys. 5



Rys. 2



Rys. 4



Rys. 7

Nr rys.	Obróbka cieplna	Opis struktury	Zgniot %	Powięk- szenie
1	Rekrystali- zacja kon- wencjonal- na przy temperatu- rze 550°C V=10°C/s	Ślady granic ziarn aluminium przemieszczające się w kie- runku środka swojej krzywiz- ny po czterokrotnej rekry- stalizacji na tle struktury po pierwszym cyklu wyżarza- nia.	30	100x
2	Rekrystyli- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 350°C V = 10°C/s	Ślady przemieszczonych granic ziarn cynku po dziesięciokro- tnej rekrystalizacji na tle struktury Po pierwszym cyklu. Granice ziarn "rzemieszczone w kierunku środka swojej krzywizny.	70	100x
3	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 10°C/s	Ślady nowych granic ziarn alu- minium po dziesięciokrotnej rekrystalizacji na tle struktury pierwotnej.	30	100x
4	Rekrystyli- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 350°C V = 10°C/s	Ślady przemieszczonych gra- nic ziarn cynku po trzy- krotnej rekrystalizacji na tle struktury po pierwszym cyklu wyżarzania.	70	100x
5	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 10°C/s	Ślady równolegle przemie- szczonych granic ziarn alu- minium po czterokrotnej re- krystalizacji na tle struk- tury po jednorazowej rekry- stalizacji.	70	100x
7	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 10°C/s	Ślady przemieszczonych gra- nic ziarn aluminium po czte- rokrotnej rekrystalizacji na tle struktury po pierw- szym cyklu wyżarzania. Ujaw- nienie położenia ziarna znajdującego się wewnątrz.	30	100x



Rys. 8



Rys. 9



Rys. 11



Rys. 10



Rys. 12

Nr rys.	Obróbka cieplna	Opis struktury	2gniot %	Powięk- £zenie
8	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 10°C/s	Fragment rys. 5. Duże prze- mieszczenie granicy ziarna w kierunku "1" i znaczne mniejsze w kierunku "2".	70	500x
9	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 10°C/s	Ślady przemieszczonych gra- nic aluminium po czterokrot- nej rekrystalizacji na tle struktury po pierwszym cy- klu wyżarzania; granice ziarn przemieszczające się w kierunku środka swójej krzywizny i nieprzemienia- jące się granice prostoli- niowe "1".	30	100x
10	Rekrystali- zacja udaro- wa przy tem- peraturze 550°C V = 2000°C/s	Ślady przemieszczonych gra- nic ziarn na tle struktury po pierwszym cyklu wyżarza- nia.	70	500x
11	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 10°C/s	Struktura aluminium po czta- rokrotnym wyżarzaniu rekry- stalizującym.	30	100x
12	Rekrystali- zacja kon- wencjonalna przy tempe- raturze 550°C V = 150°C/s	Ślady równolegie przemie- szczonych granic ziarn alu- minium po trzykrotnej re- krystalizacji na tle struk- tury pierwotnej.	30	500x

LITERATURA

- [1] Mc LEAN D.: Mechanical Properties of metals thum. res. Moskwa 1966 r.
- [2] GORIELIK S.S.: Rekrystalizacja mietałłow i spławow, Moskwa 1967 r.
- [3] SMITH C.S.: Trans. AIME, nr 175, 1948 r., str. 15.
- [4] BURKE J.E.: Trans. AIME, nr 180, 1949 r., str. 73.
- [5] BECK P.A.: Metal Interfaces, ASM, 1952 r.
- [6] BECK P.A., SPERRY P.R.: J. Appl. Phys. nr 21, 1950 r., str. 150.
- [7] LÜCKE K.: Zeitschrift für Metallkunde, t. 52, nr 1,1961 r. str. 1.
- [8] BECK P.A., HOLZWORTH M.L., SPERRY P.R.: Trans. AIME, nr 180, 1949 r., str. 163.
- [9] MULLINS W.W.: Acta Metal., nr 6, 1958 r., str. 414.
- [10] LACOMBE P., BERGHEZAN A.: Metaux et Corrosion, nr 25, 1949 r., str. 1.
- [11] KOHARA S., PARTHASARATHI M.N., BECK P.A.: J. Appl. Phys. nr 29, 1958 r., str. 1125.
- [12] PARTHASARATHI M.N., BECK P.A.: Zur Veröffentlichung eingereicht.
- [13] CIEŚLAK L., SZEWIECZEK D., ZWONEK I.: Zeszyty Naukowe Pol. Sl., nr 29, 1967 r., str. 37.

ВЛИЯНИЕ МНОГОКРАТНОГО ОТЖИГА НА МИГРАЦИЮ ГРАНИЦ ЗЕРЕН

Резюме

Исследовано влияние многократного отжига на перемещение границ зерен алюминия и цинка. Убедились в том, что многократный отжиг образцов, подвергнутых предварительному наклепу, ведет к перемещению границ зерен, выявленных применяемым методом электролитической полировки и травления до или после первого цикла отжига. Образцы не подвергнутые холодной пластической деформации до термической обработки обнаруживают миграцию границ на очень малые расстояния. Величина перемещения границ зависит от формы границ и скорости нагрева.

INFLUENCE OF MANIFOLD ANNEALING ON MIGRATION OF THE GRAIN BOUNDARIES

Summary

The influence of manifold annealing on migration of the grain boundaries in Al an Zn specimens has been investigated. It was stated that manifold annealing of cold worked specimens leads to migration of the grain boundaries, revealed by means of electrochemical polishing and etching before or after the first cycle of annealing. Specimens unstrained before heat treatment show out migration of the grain boundaries for short distances. Migration is affected by the shape of boundary and the rate of heating.

46