

# НЕСТАЦИОНАРНОЕ ДВИЖЕНИЕ ГРАНИЦ ЗЕРЕН И ТРОЙНЫХ СТЫКОВ ПРИ РОСТЕ ЗЕРЕН

Сурсаева В.Г., Семенов В.Н.

Институт физики твёрдого тела, РАН, Черноголовка, Московская область, 142432, Россия [sursaeva@issp.ac.ru](mailto:sursaeva@issp.ac.ru)

XI Международная конференция ФШК-2020 «Фазовые превращения и прочность кристаллов», памяти академика Г.В. Курдюмова г. Черноголовка, Россия 26 – 30 октября 2020 г.

## Эксперимент

Цель. Работа посвящена экспериментальному изучению нестационарного движения границ зёрен на высокоподвижных границах наклона  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  с углом разориентации  $79^\circ$  и  $35^\circ$  на специально изготовленных бикристаллах цинка в форме полуплоскости. Также экспериментальному изучению нестационарного движения тройных стыков при росте зёрен в двумерных фольгах алюминия. Мы пытаемся показать, что нестационарное движение границ вызвано фазовыми превращениями на границах зёрен. Нестационарное движение тройных стыков является следствием нестационарного движения границ и топологических перестроек в поликристалле.

Методика исследования на бикристаллах. Плоские кристаллы, нормаль к поверхности которых совпадает с направлением  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  в зёрнах кристалла, были получены из цинка чистотой 99,999 wt.% с помощью модифицированного метода Бриджмена. Границы в кристаллах представляли собой полностью с высокоподвижной границей наклона  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  с углом разориентации  $79^\circ$  и  $35^\circ$ . Как плоские, так и искривлённые сегменты границы, были перпендикулярны поверхности образца. Отжигали образцы в высокотемпературной приставке к оптическому микроскопу в интервале 300С – 400С, наблюдали за смещением и формой *in-situ* используя в микроскопе поляризованный свет. Температура во время эксперимента поддерживалась с точностью 0,5С. Температуру в печи для отжигов последовательно поднимали на 5 или 10 С. Длительность изотермических отжигов составляла 120сек – 180сек; температура высокотемпературной приставки стабилизировалась в течение нескольких секунд. Поляризованный свет микроскопа окрашивал зёрна в разные цвета. Форма границы и смещение фиксировались с помощью цифровой видеокамеры.

Методика исследования на двумерных фольгах алюминия. В этом эксперименте мы использовали двумерную, паркетную структуру, алюминированной фольгой из чистого Al с 0,001wt.% Mg. Mg добавляется для стабилизации микроструктуры и сохранения паркетной зернограничной структуры. Для создания паркетной структуры 2 мм образцы прокатывались при комнатной температуре до толщины 0,07 мм, затем, образцы отжигались в течение 20 минут при 560 °С. Экспериментальная методика *In-situ* отжигов экспериментов в сканирующем электронном микроскопе и анализ результатов подробно описаны в работе [1]. После индексирования большой области образца  $\sim 10 \mu\text{m}^2$  образец нагревался до 500±20°С и отжигался в течение 60 мин. Выбранная область  $\sim 1 \mu\text{m}^2$  кристаллографически расширялась в течение каждых 10 мин при температуре образца в печи. Область, которая анализировалась перед нагревом, анализировалась вновь после нагрева. *In-situ* отжиг и одновременный EBSD анализ даёт нам уникальную возможность оценить характеристики границ зёрен и тройных стыков в ходе изотермического отжига.

## Мотивация проведения экспериментов на индивидуальных границах

Стационарность в таком смысле, что в пределах оптического разрешения искривлённая часть границы не изменяет своей геометрической формы, а смещение каждой точки искривлённой части границы в направлении нормали в той точке пропорционально времени, хотя и наблюдается в ряде случаев, все же является скорее исключением, чем правилом. Предполагается, что нестационарное движение вызывается *сменой механизма миграции* на атомном уровне на фазовых участках первоначально искривлённой части зернограничной полуплоскости. Подробно проблема анализируется в работе

В работе Кулябов, В. Г. Рассеивательные процессы на границах зёрен в металлах. Монография / В. Г. Кулябов. – Волгоград: Физтех МЭИ и Волгоград, 2015. – 162 с. Показано, что фазетирование границ может происходить достаточно быстро. Полученные оценки в пределах составляют  $10^4 \cdot 10^6 \text{ с}$ . Такой разброс времени соответствует иерархии в размерах и расположении фазеток [11], а также существенному различию в атомной структуре исходных нефазиетированных границ.

Фасетирование в нестационарный характер миграции зернограничной полуплоскости в работе Фасетирование в нестационарный характер миграции зернограничной полуплоскости в работе В. П. Шиндлеров (Институт физики твёрдого тела РАН, с. Черноголовка Московской обл., 142432, Россия), Деформация и разрушение материалов 2011, 11, стр.1-10.

## Мотивация для проведения экспериментов по росту зёрен

В работе Paoletti, V. G. Sursava, D. J. Prior The influence of triple junction on the grain boundary migration during normal grain growth. New evidence from in-situ experiments using columnar Al foil. Z Metallkd 96 (2005) 10, 1152-1157. анализируются результаты, полученные в ходе *in-situ* отжигов одновременно с дифракционным анализом на двумерных фольгах алюминия. Показано, что существует явное ускорение несовершенств в движении тройных стыков как в пространстве так и во времени. Авторы показали, что тормозящий эффект от тройных стыков с вогнутыми границами значительно выше, чем от тройных стыков с выпуклыми границами. Только 20% тройных стыков демонстрируют стационарное движение.

В работе Qian Zhu, Wei Jiang, B. David J. Svoboda & Wanda Bao. Triple junction drag effect during topological change in the evolution of polycrystalline microstructure. Acta Materialia 128 (2017) 345-350 показано с помощью компьютерного моделирования, что стационарное состояние никогда не достигается в процессе эволюции поликристаллической микроструктуры в резонанс с изменением размеров зёрен и топологических перестроек в ходе роста зёрен. Предлагаем и использование численных расчетов как пути в тройном стыке изменяется со временем и как это отражается на подвижности тройного стыка.

## Экспериментальные результаты, полученные для границы наклона $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ с углом разориентации $79^\circ$

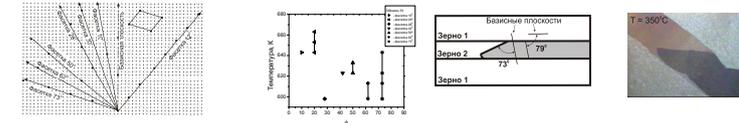


Рис. 1. Две ориентации зерен по углу  $79^\circ$ . На схеме отмечены фазеты, которые наблюдали на время эксперимента. Фасеты  $42^\circ$ ,  $73^\circ$ ,  $50^\circ$  и  $28^\circ$  являются более подвижными, так как более узкие углы наклона фасеток. Фасеты  $15^\circ$ ,  $20^\circ$  и  $10^\circ$  являются менее устойчивыми, так как число совмещаемых узлов мало.

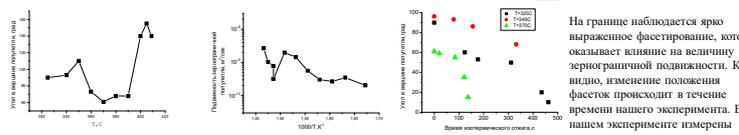


Рис. 4. Температурная зависимость угла в вершине фасеток. Разные эксперименты, но одинаковые ориентации фасеток. Видно, что увеличение ориентации фасеток приводит к увеличению скорости роста зерен. Значение зависимости не следует закону Аррениуса.

## Экспериментальные результаты, полученные для границы наклона $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ с углом разориентации $35^\circ$

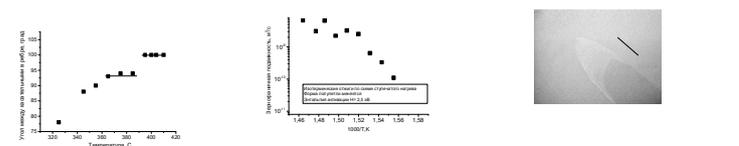


Рис. 6. Температурная зависимость угла в вершине фасеток, что является ориентацией фасеток. Видно, что увеличение ориентации фасеток приводит к увеличению скорости роста зерен. Значение зависимости не следует закону Аррениуса.

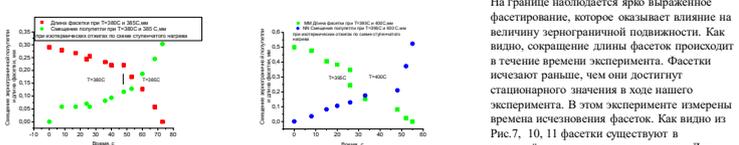


Рис. 8. Температурная зависимость угла в вершине фасеток, что является ориентацией фасеток. Видно, что увеличение ориентации фасеток приводит к увеличению скорости роста зерен. Значение зависимости не следует закону Аррениуса.

Стационарное движение зернограничной полуплоскости, и в частности здесь в том смысле, что при фиксированной температуре, и в пределах оптического разрешения, искривлённая часть поверхности полуплоскости не изменяет своей геометрической формы в течение выбранного промежутка времени наблюдения. Параллельные друг другу большие, плоские фрагменты границы при этом сохраняют свою площадь, однако сохраняют плоский характер и взаимную параллельность. Неизменным остается и расстояние между ними. Стационарное движение зернограничной полуплоскости наблюдается экспериментально Л. С. Шиндлеровым с сортунами, например, в бикристаллах алюминия и цинка. В частности было продемонстрировано, что нормальное смещение искривлённой части границы, при фиксированной температуре наблюдения оказалась пропорциональной времени отжига. Математические модели стационарной миграции зернограничной полуплоскости, без обращения к какому либо вариационным принципам также детально исследовались Л. С. Шиндлеровым и сортунами. В своих феноменологических рассуждениях они базировались на фундаментальной аналогии между природой движущих сил в рассматриваемой ситуации и представлениями о движущих силах классической теории капиллярного движения жидкости в узлах каналов. Итоговое изложение, относящееся сюда вопросов, можно найти в монографии G. Goulet and J. S. Shvindlerov, Grain Boundary Migration in Metals: Topological Aspects, Applied Science, Boca Raton, Florida, 1999 pp. IX + 385.

## Конфигурация 1.

Исследование стационарного движения возможно лишь в очень узком классе геометрических конфигураций. Мы изучили стационарное движение на конфигурациях двумерных зернограничных систем, которые характерны для зёрен в поликристалле с числом соседей и  $n=6$ . Одна из границ расположена вдоль движения тройного стыка, как в процессе исчезновения маленького зерна в поликристалле. Границы движутся к центру кривизны с постоянной горизонтальной скоростью, которая определяется из формы грани. Торможение характеризуется параметром А.

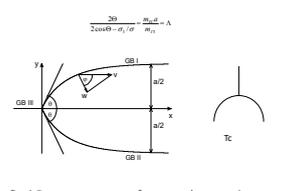


Рис. 1. Схема исследуемого образца в конфигурации 1.

## Конфигурация 2.

Мы изучили стационарное движение на конфигурациях двумерных зернограничных систем, которые характерны для зёрен в поликристалле с числом соседей и  $n=6$ . Границы расположены как в зёрне с числом соседей  $> 6$ . Одна из границ расположена вдоль движения тройного стыка, Рис. 16 и Рис. 26. Границы стремятся двигаться к центру кривизны с постоянной горизонтальной скоростью, которая определяется из формы грани. Торможение характеризуется параметром А.

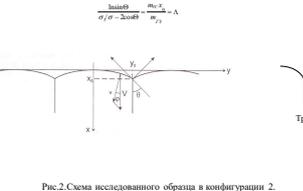


Рис. 2. Схема исследуемого образца в конфигурации 2.

## Изучение поведения стыков разной конфигурации в процессе изотермического отжига

Таблица 1. Таблица иллюстрирует изменение формы, угла и параметра торможения стыков разных типов до и после отжига

Тип тройного стыка до отжига	Угол при отжиге	Параметр торможения А в стыке	Угол в стыке после отжига	Параметр торможения А после отжига	Тип тройного стыка после отжига
Tx	98	5,64581	109	6,09607	Ty
Ty	108	16,6837	102	6,84695	Tz
Tz	119	129,87445	119	129,87445	Tx
Tx	90	3,78517	90	3,78517	Ty
Ty	130	0,842	130	0,842	Tz

## Изучение поведения стыков разной конфигурации в процессе изотермического отжига для зёрен с разным топологическим классом и в зависимости от составляющих его грани.

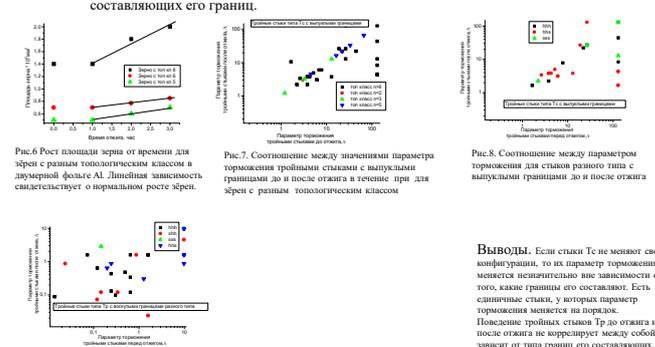


Рис. 3. Соотношение между параметром торможения для стыков разного типа с выпуклыми границами до и после отжига в течение при для зёрен с разным топологическим классом

Выводы. На Рис. 7 и 8 представлены параметры торможения тройных стыков до и после отжига в зависимости от принадлежности к зёрнам с разным топологическим классом и в зависимости от того из каких грани они состояли. Большинство точек ложатся на прямую, что означает, что они мало изменились в процессе отжига. Отклонение от линейного соотношения наблюдается лишь для тройных стыков у зёрен с числом сторон больше 6, вне зависимости от того, из каких грани они состояли. На Рис. 9 также же зависимости построены для тройных стыков с вогнутыми границами, которые соответствуют зёрнам с числом сторон больше 6. Видно, что параметры торможения сильно меняются в процессе отжига вне зависимости от составляющих его грани.

## Выводы.

Если стык не меняет своей конфигурации, то и параметр торможения меняется незначительно вне зависимости от того, какие границы его составляют. Есть единичные стыки, у которых параметр торможения меняется на порядок. Поведение тройных стыков Тz до отжига и после отжига не коррелирует между собой и не зависит от типа грани его составляющих.

## Выводы.

Так как микроструктура представляет собой сеть стыков между собой тройными стыками, то имеются как грани с выпуклыми, так и с вогнутыми границами. Их количество увеличивается, поскольку для одного зёрна границы являются выпуклыми, а для другого вогнутой. Тройной стык будет перемещаться в сторону стыка, который меньше тормозит. В процессе движения возможны топологические перестройки, малые зёрна исчезают, и изменяется форма и границы (а следовательно и их подвижность) в тройных стыках. Поэтому стационарное движение тройных стыков возможно лишь в областях, где нет топологических перестроек.