

ПАШИНСКАЯ Е.Г., СЫНКОВ В.Г. (ДОНФТИ), ПАШИНСКИЙ В.В. (ДонНТУ)

## ФОРМИРОВАНИЕ СУБМИКРОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ В МЕДИ ПРИ ИНТЕНСИВНЫХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ

*Предложен новый метод равноканального прессования с кручением под давлением 560 МПа, максимальное значение параметра Одквиста за цикл достигает  $e=2$ . Деформирование по такой схеме приводит к накоплению больших пластических деформаций на массивных образцах до  $e=12,7$ . Это позволило получить образцы меди квадратного сечения  $17 \times 17$  и длиной 120 мм, характеризующиеся целым комплексом особенностей структуры. Характер выявленных закономерностей говорит о равномерном протекании деформации в объеме образцов.*

В последнее время большое внимание уделяется вопросам получения и изучения материалов с особой субмикроструктурной структурой, так называемым наноструктурным материалам. Среди многообразных способов реализации наноструктурного состояния особое место занимает метод накопления интенсивных пластических деформаций. В основном используют два метода интенсивных пластических деформаций: кручение дисковых заготовок в наковальнях Бриджмена или равноугловое прессование цилиндрических и призматических заготовок [1]. В [2] предложена принципиально новая схема накопления интенсивных пластических деформаций с использованием гидромеханического прессования с противодействием в сочетании с кручением. Поскольку такой комбинированный метод деформации позволяет ожидать формирования структуры со многими особенностями, то в данной работе авторы ставили цель проследить эволюцию структуры и свойств меди при многоцикловом деформировании методами оптической металлографии, рентгеноструктурного анализа, измерений твердости, микротвердости.



**Рис. 1.** Матрица с винтовым каналом для гидромеханической экструзии с противодействием

Цилиндрическую заготовку диаметром 24 мм устанавливали в матрице с винтовым каналом (на рис. 1), которую размещали на полый оправке в канале гидроэкструзионной установки усилием 4МН. В нижней части канала контейнера устанавливали вторую матрицу со вспомогательной заготовкой, обеспечивающей определенный (500–600 МПа) уровень гидростатического давления в рабочем канале в течение всего процесса гидромеханического прессования в основной матрице. Перемещаясь в канале контейнера, рабочий плунжер достигает верхнего торца основной заготовки и выпрессовывает ее через матрицу с винтовой поверхностью. Причем, на первом этапе происходит формоизменение цилиндрического прутка по схеме «круг-квадрат» ( $\varnothing 17 - \square 17$  мм), а во второй части очага — кручение заготовки в винтовой полости с переменным углом наклона винтовой линии к оси матрицы в диапа-

зоне 0–60°. С учетом формообразования степень деформации (параметр Одквиста) в первом переходе составляет  $e=2,7$ , а в каждом последующем  $e=2$ . По этой схеме выполнено 5 циклов прессования и накоплена деформация  $e=12,7$ .

Деформацию осуществляли на двух типах исходных образцов диаметром 25 мм из меди М1. Один из которых — монослойный, а второй — биметаллический, с внешней медной облойкой на сердечнике из алюминия. Использовали предварительно отожженную медь при температуре 500°С в течение 2-х и 4-х часов. Это позволило оценить динамику упрочнения при гидроэкструзии на более и менее твердом материале. Для сравнения отбирали исходные образцы и образцы после первого  $e=2,7$  и шестого  $e=12,7$  цикла деформации.

На полученных образцах в сечениях перпендикулярных и параллельных оси деформации исследовалась микроструктура при увеличениях 60÷1000 (Neophot-32) с использованием цифровой камеры QV-100 и количественного анализа параметров структуры компьютерной программой Image Tool. Для оценки упрочнения материала и установления распределения деформации в тех же сечениях образцов измеряли микротвердость (ПМТ-3), число измерений на одну точку составило 30 уколов. Выбор нагрузки определялся из соотношения диаметра отпечатка и размера измеряемого зерна. Статистический анализ полученного массива данных позволил определить погрешность измерений в 5–10%.

Для определения размеров нанокристаллитов, а также их количества использовали рентгеновский дифрактометрический анализ с помощью камеры РКД. Применялось длинноволновое  $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучение, дифракционные картины получены с помощью регистрации рассеянного образцом рентгеновского излучения на пленку по методу шлифа ( $\Psi=34^{\circ}$  и  $\Psi=146^{\circ}$ ) с последующим фотометрированием с шагом  $0,02^{\circ}$ . Размеры кластеров оценивали по методике [4]. Измерения проводили на поверхности образцов и в их центре для установления равномерности деформации по сечению образца.

В результате проведения металлографического анализа показано, что в исходной и деформированной меди отсутствуют поры и разрывы. Для всех видов образцов характерна равномерная по сечению структура, не отличающаяся на периферии и в центре. На отожженной меди наблюдается равноосная зеренная структура с размером зерна 100–200 мкм (см. рис. 2). Кривые частотного распределения зерен по размерам подчиняются закону логарифмически нормального распределения, максимальную частоту появления имеют зерна с размером 150 мкм.

При степени деформации  $e=2,7$  наблюдается общее измельчение зерен до 15–20 мкм и наличие вихревой структуры, занимающей 100% площади образца. По видимому, она вызвана кручением при гидроэкструзии, о чем свидетельствует хаотический характер полос деформации в теле зерна. При увеличении накопленной деформации до  $e=12,7$  структура не измельчается, вихревая структура занимает 50% площади шлифа, причем появляются крупные равноосные зерна 140–180 мкм. Вероятно, данное явление может быть связано с протеканием процесса динамической рекристаллизации (из-за низкого значения энергии активации меди — 20–80 кДж/моль) во время деформации, тем более, что калориметрические оценки показывают возможность небольших (до 150°С) локальных разогревов в теле образца. Статистическая обработка измерений микротвердости показала более высокое (на 10–20%) стандартное отклонение и коэффициент вариации, что также свидетельствует о разноточности меди после частичной рекристаллизации.

В случае применения рассматриваемого типа деформации для образцов с различным исходным структурным состоянием и различной исходной микротвердостью ( $H_{\mu}^{25}=1650$  и 870 МПа) (рис. 3 а–в), накопление деформации имеет различную динамику: в случае более твердого материала наблюдается рост микротвердости на  $\approx 15\%$  ( $e=2,7$ ) и в дальнейшем она не изменяется. Более мягкая медь упрочняется на  $\approx 28\%$  при



$e=2,7$  и еще немного (3–5%) при  $e=12,7$ . Таким образом, медь с меньшей исходной твердостью накапливает деформацию более интенсивно.



*a*



*б*



*в*

**Рис. 2.** Микроструктура меди,  $\times 400$ :  
*a* — исходный отожженный ( $\tau=2$  ч,  $T=500^{\circ}\text{C}$ );  
*б* — деформированный до степени деформации  $e=2,7$ ; *в* — деформированный до степени деформации  $e=12,7$

Измерения микротвердости по сечению монометаллических образцов от поверхности к центру показало ее незначительную неравномерность при  $e=2,7$  и равномерность в случае  $e=12,7$  (рис. 3, *в*). Это свидетельствует о том, что деформация при такой схеме на первой стадии проходит более интенсивно в центре образца. При дальнейшем наращивании деформации металл равномерно деформируется по всему объему, что является благоприятным фактором с точки зрения формирования равномерной неанизотропной дислокационной структуры и, как следствие, однородных механических характеристик изделия.

Микротвердость на боковой грани образцов  $e=12,7$  (вдоль оси деформации) меньше на 50% ее величины в перпендикулярном направлении, что может быть связано с наследованием текстуры первого перехода при формоизменении «круг-квадрат». В пользу такого утверждения говорит присутствие вытянутых зерен на боковых гранях образцов в направлении, совпадающем с осью деформации.

При деформировании биметаллического образца с ростом степени деформации наблюдалось возрастание значений микротвердости (рис. 3, *в*). Слой меди имел небольшую величину (1,7 мм), но микротвердость повышалась к центру образца и в направлении от угла к середине грани. Медь, деформированная в малом слое имела меньшую исходную микротвердость, чем массивные образцы. В случае кручения тонкого слоя рост твердости продолжался и при  $e=12,7$ , тогда как в случае деформации монослойных образцов максимальные значения твердости на поверхности достигались при  $e=2,7$ . Вероятно, это может быть связано с нарушением совместимости слоев биметалла при знакопеременном кручении в связи с отличием модулей упругости. В центре же образца (алюминий) наблюдался рост твердости на 100% при  $e=2,7$  и значительное падение до исходного уровня при  $e=12,7$ . Вероятно, это может быть связано с протеканием динамической рекристаллизации во время деформации.

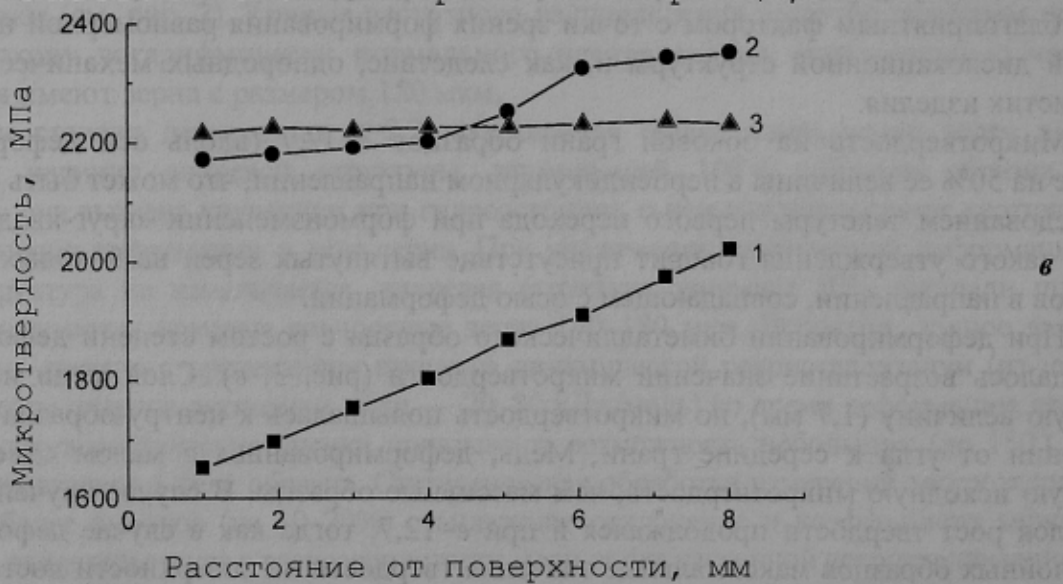
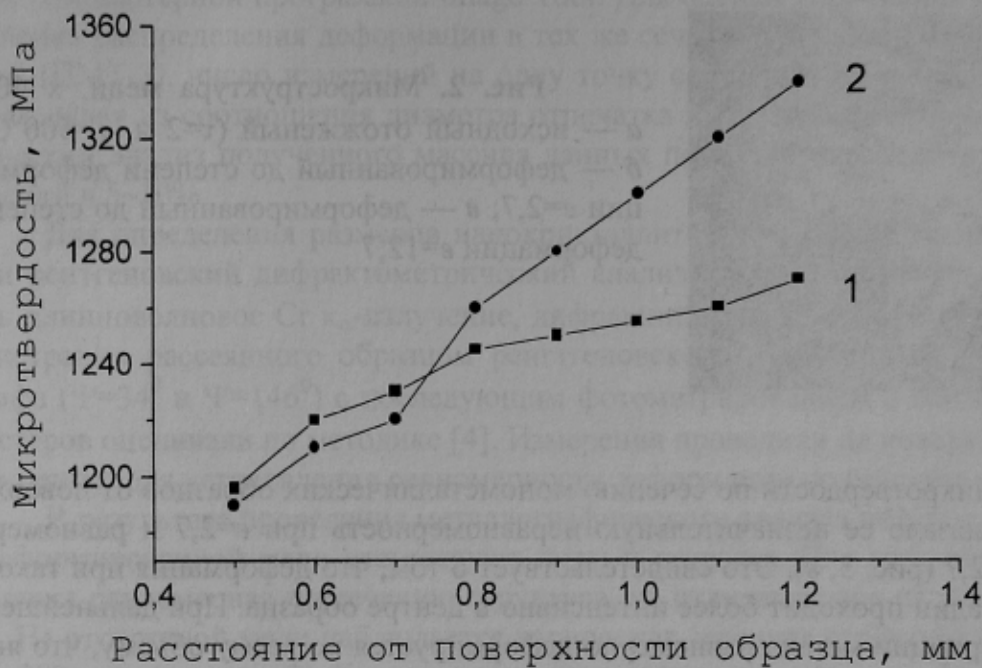
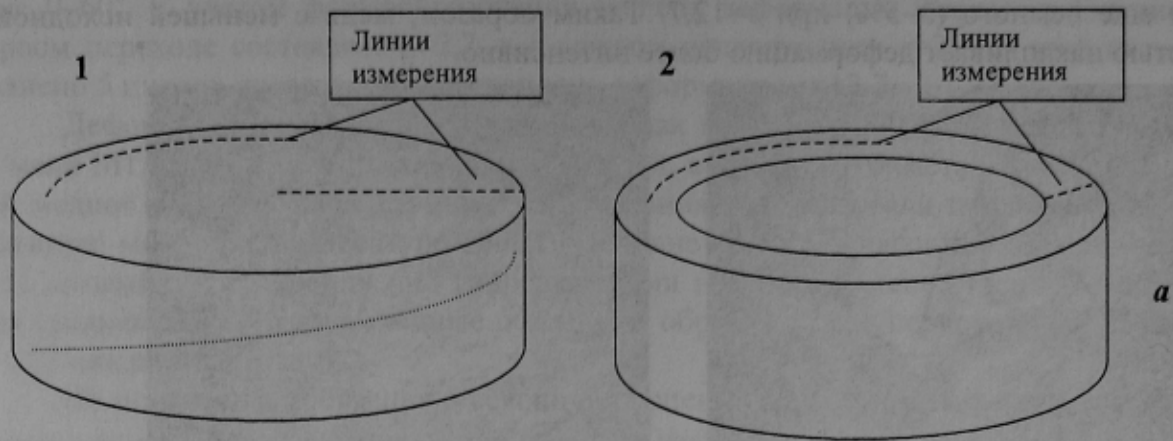


Рис. 3. а — схема измерений микротвердости: 1 — массивные образцы меди; 2 — медь на сердцевине из алюминия; б — микротвердость меди, деформированной в тонком слое на алюминиевом сердечнике (измерения поперек слоя меди): 1 —  $e=2,7$ ; 2 —  $e=12,7$ ; в — микротвердость монослойной меди после деформации в зависимости от суммарной деформации (1 —  $e=0$ ; 2 —  $e=2,7$ ; 3 —  $e=12,7$ ) и расстояния от поверхности

Данные рентгеноструктурного анализа показывают, что полуширина рентгеновских линий в этих образцах не увеличивается, а на поверхности даже уменьшается, что позволяет подтвердить предположение о релаксационных процессах, особенно на поверхности образца. Дифракционные картины всех исследованных образцов имели вид ярких дебаевских линий, характерных для ГЦК-решетки и диффузионное рассеяние слабой интенсивности в области дифракционных углов, прилегающих к отражению (200).

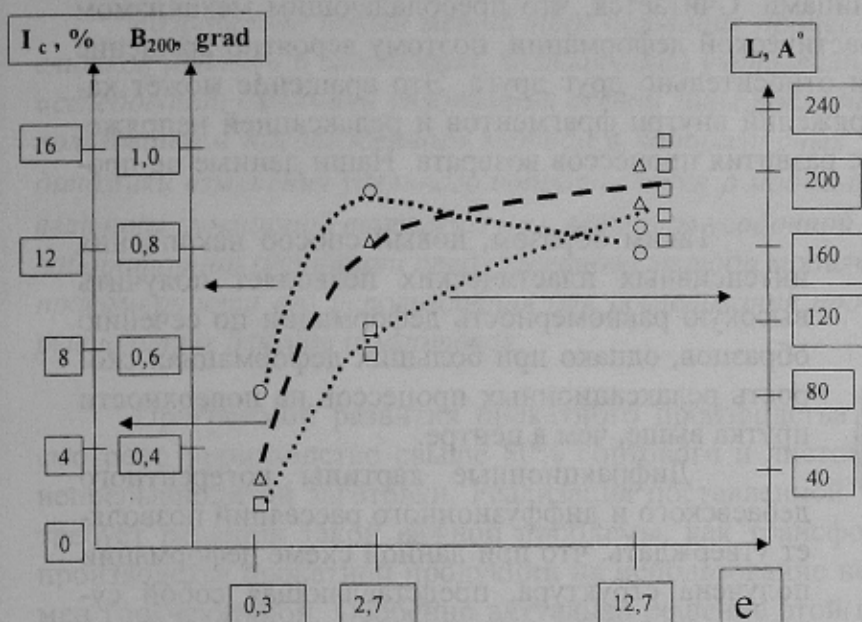


Рис. 4. Полуширина рентгеновской линии  $B_{200}=f(\lambda)$ , размер кластеров —  $L$ , содержание кластеров —  $I_c$

Например, появляются флуктуирующие интенсивности над фоном (гало), расположенные либо ассиметрично ( $e=12,7$ , центр), либо симметрично ( $e=2,7; 12,7$ , поверхность) относительно линии (200).

Угловые положения дифракционных максимумов позволяют определить величины соответствующих межплоскостных расстояний  $d$  по справочным таблицам, а ширина гало — размеры областей когерентного рассеяния в предположении о квазидвумерной форме кластеров, — по методике [4]. Принимая за 100% интегральную интенсивность отражения (200), нами была оценена долевая интенсивность  $I_c$  от наноразмерных кластеров (рис. 4). Полученные зависимости  $L_f=f(\lambda)$ ;  $I_c=f(\lambda)$ ;  $B=f(\lambda)$  имеют характер насыщения, подобно микротвердости, что свидетельствует о достижении энергетической устойчивости полученного структурного состояния. В образцах, где медь деформировали в тонком слое размер аморфно-кристаллических кластеров больший, чем в объемно-деформированных образцах в  $\sim 1,4$  раза и составляет 30 нм (для объемно деформированных образцов 22 нм).

И в монослойном и в биметаллическом деформированных образцах наблюдали уменьшение по сравнению с исходным состоянием межплоскостного расстояния. Это наблюдалось в семействе плоскостей (200), т.е. в наиболее локально-искаженной области структуры. Причем эти изменения были более существенными для случая плакированных образцов в 1,4–1,9 раза.

Эти данные находятся в соответствии с данными авторов [1], наблюдавших уменьшение межплоскостных расстояний для образцов деформированных другими методами.

Для дифрактограмм от образцов, различающихся степенью деформации имеет место различие форм основных линий: от разновысоких пиков различной интенсивности ( $e=0$ ) до раздвоенных, либо ассиметричных пиков с явным диатропным максимумом текстуры (111) ( $e=2,7; 12,7$ ). Раздвоение линий с одновременным их уширением свидетельствует о превращении кубической решетки в орторомбическую ( $\alpha \neq 90^\circ$ ) под действием гидроэкструзии с кручением.

Интенсивность диффузионного рассеяния также неоднотипна для исследуемых структурных состояний. На-



Авторы [1] отмечают, что для металлов с ГЦК решеткой в результате интенсивной пластической деформации при большой суммарной  $\epsilon$  упрочнение резко замедляется. Не исключается версия о ротационном механизме структурообразования при знакопеременном кручении, при котором за счет релаксации напряжений упрочнение может снижаться. Отмечается, что при интенсивных пластических деформациях возможно получение материалов с субмикроструктурным строением, в котором наблюдаются отдельные области идентифицированные как нанокристаллические с размером 20–100 нм и с большеугловыми границами. Считается, что преобладающим механизмом становятся ротационные моды пластической деформации, поэтому вероятно вращение фрагментов во время деформации относительно друг друга. Это вращение может характеризоваться отсутствием напряжений внутри фрагментов и релаксацией напряжений по границам зерен вследствие развития процессов возврата. Наши данные не противоречат данной точке зрения.

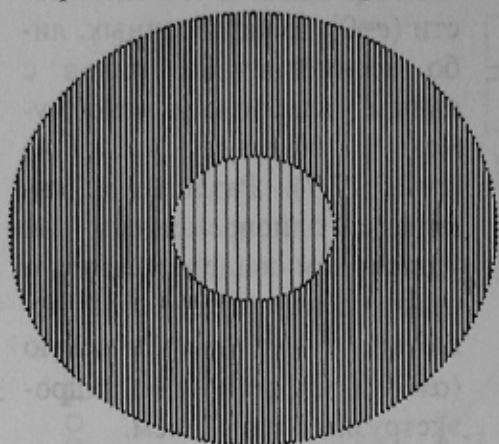


Рис. 5. Схема строения субмикроструктурного материала с нанодоменами

Таим образом, новый способ накопления интенсивных пластических деформаций позволяет получить высокую равномерность деформации по сечению образцов, однако при больших деформациях скорость релаксационных процессов на поверхности прутка выше, чем в центре.

Дифракционные картины когерентного дебаевского и диффузионного рассеяний позволяют утверждать, что при данной схеме деформации получена структура, представляющая собой суперпозицию наноразмерных когерентных областей (кластеров квазидвумерной формы с измененными межплоскостными расстояниями, но когерентными границами сопряжения (см. рис. 5)) и основного твердого раствора с близким к табличному значению дальним порядком в расположении атомов. Кластеризованное состояние кристаллической структуры  $\text{Cu}$  сконцентрировано преимущественно в семействе плоскостей типа (200), т.е. анизотропно в объеме кристаллитов.

### Список литературы

1. Андриевский Р.А., Глезер А.М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. Часть 1. Особенности структуры, термодинамика. Фазовые равновесия. Кинетические явления // ФММ, 1999. — Т. 88. — № 1. — С. 50.
2. Новые схемы накопления больших пластических деформаций с использованием гидроэкструзии / Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин, В.Г.Сынков и др. // ФТВД, 1999. — Т. 9. — № 3. — С. 109.
3. Интенсивные пластические деформации материалов при гидропрессовании с кручением / Я.Е.Бейгельзимер, В.Н.Варюхин, В.Г.Сынков и др. // ФТВД, 2000. — Т. 10. — № 1. — С. 24.
4. Китайгородский Л.И. Рентгеноструктурный анализ малокристаллических и аморфных тел. — М.: Госиздат. технико-теоретическая литература, 1952. — 586 с.

© Пашинская Е.Г., Сынков В.Г., Пашинский В.В., 2002