

## ИНТЕНСИВНАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МЕДИ ПРИ КРИОГЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Т. Н. Конькова

Учреждение Российской академии наук Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, г. Уфа, Россия

Получение металлических субмикро- и нанокристаллических материалов с заданными физико-химическими свойствами является важной проблемой современного материаловедения [1]. На настоящий момент было проведено несколько попыток измельчения размера зерен посредством деформации при криогенной температуре [2-4], причем большая часть этих работ была выполнена на высокопластичной меди. Актуальной задачей является подробное изучение микроструктуры после криогенной деформации, а также механизмов ее формирования. Данная работа была направлена на аттестацию микроструктуры меди, подвергнутой низкотемпературной деформации. Для аттестации микроструктуры был привлечен относительно новый метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) [5].

**Материал и методика эксперимента.** В качестве материала исследования использовалась технически чистая (99.9%) медь марки М1. Горячекатаный пруток был разрезан на части диаметром 40 мм и длиной 70 мм и подвергнут мультиосевой деформации в интервале температур 500-300°C. Полученный материал был принят в качестве исходного.

Из центральной (наиболее деформированной) части кованных заготовок были вырезаны цилиндрические образцы диаметром 24 мм и высотой 60 мм. В целях достижения большей макроскопической однородности деформации образцы были предварительно помещены в оболочку из стали 20 с толщиной стенки 8 мм. После охлаждения в контейнере с жидким азотом образцы были осажены на 88% по высоте (истинная деформация  $\epsilon \sim 2, 2$ ) в воздушной атмосфере на гидравлическом прессе ПА-2638 при начальной скорости деформации  $\sim 6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

При описании процесса осадки использовалась система координат, включающая в себя направление осадки (НО) и радиальное направление (РН).

Все микроструктурные исследования осуществлялись при комнатной температуре. Микроструктуру в центральной (наиболее деформированной) части продольного сечения образцов исследовали методами автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Перед исследованием микроструктуры образцы подвергались электролитической полировке в 7% растворе  $\text{H}_3\text{PO}_4$  в дистиллированной воде при комнатной температуре и напряжении от 10 до 25 В.

Для ПЭМ был использован микроскоп JEM-2000EX, работающий при ускоряющем напряжении 160 кВ. EBSD-анализ проводился при помощи программного обеспечения TSL OIM™, установленного на сканирующем электронном микроскопе с полевым катодом Hitachi S-4300SE.

### Результаты и обсуждение

*Морфология микроструктуры и размер зерен.* EBSD карты микроструктур приведены на рис. 1.

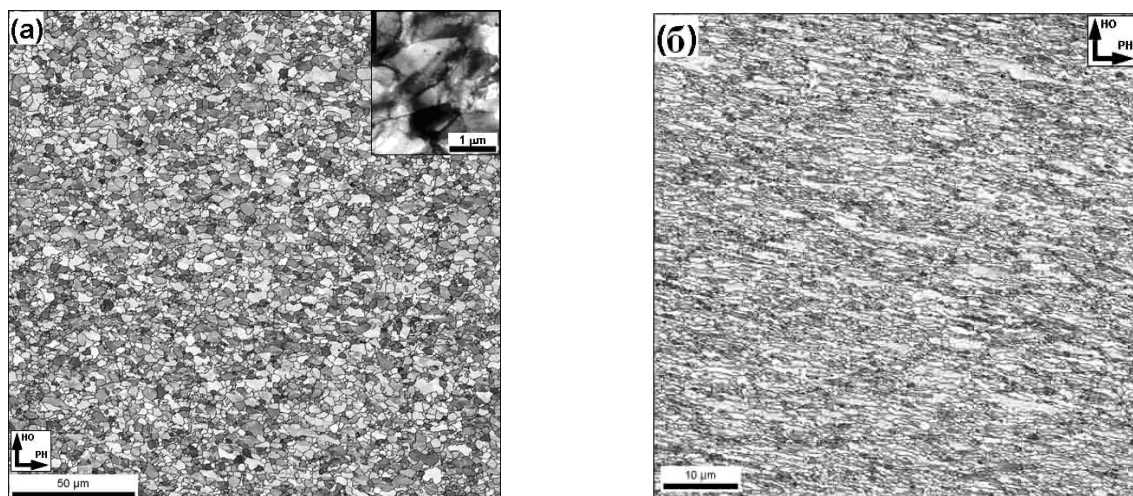


Рис. 1. EBSD карты микроструктуры: (а) исходное состояние; (б) осадка в оболочке

Исходный материал характеризовался структурой со средним размером зерен  $\sim 1.7$  мкм (рис. 1а), долей большеугловых границ  $\sim 59\%$  и слабой “текстурой куба”. Как следует из рис. 1б, микроструктура после криогенной осадки является довольно однородной. Зерна в основном значительно вытянуты в направлении, примерно перпендикулярном оси сжатия. Микроструктура может быть описана как совокупность относительно крупных (до нескольких мкм) и мелких ( $< 1$  мкм) зерен; в некоторых случаях имеет место “структура ожерелья”. Средний размер зерен, измеренный в радиальном направлении образца, составляет около  $0.7$  мкм, а в направлении осадки –  $0.4$  мкм. Несмотря на довольно большую степень деформации, НК диапазон размеров зерен не был достигнут. Иными словами, криогенная осадка меди не ведет к существенному измельчению микроструктуры. Морфология структуры косвенно свидетельствует о протекании частичной рекристаллизации в ходе/после криогенной деформации. Геометрический эффект (в соответствии с которым зерна деформируются как и весь образец в целом), по-видимому, играет существенную роль в формировании структуры при криогенной деформации. МУГ характеризуются небольшим углом разориентировки, а большеугловые сегменты субграниц встречаются очень редко. По-видимому,

процесс фрагментации развивался не интенсивно. В микроструктуре отмечается наличие двойников. Однако их удельная доля не высока, что свидетельствует о малозначительной роли этого механизма в формировании микроструктуры.

Морфология структуры, выявленная методом ПЭМ (рис. 2, а), в целом идентична наблюдаемой посредством EBSD (рис. 1). Средняя толщина кристаллитов, измеренная методом ПЭМ, составляет порядка 0.1 мкм. По данным EBSD, среднее расстояние между любыми границами разориентации (как МУГ, так и БУГ) близко к 0.2 мкм. С учетом низкой статистической выборки ПЭМ, соответствие между двумя способами измерения размера зерен можно признать удовлетворительным.

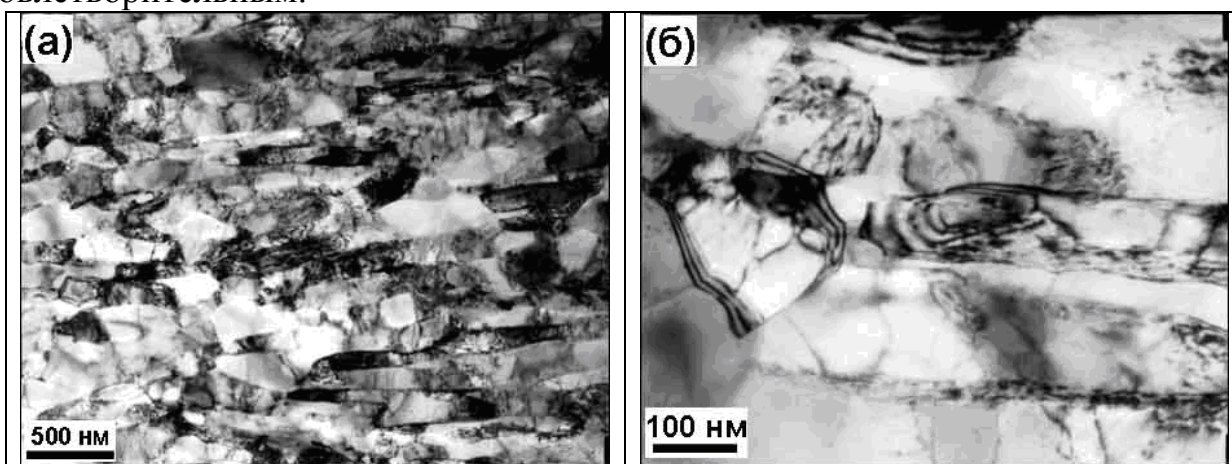


Рис. 2. ПЭМ-фотографии микроструктуры после криогенной осадки, полученные при малом (а) и большом (б) увеличении; направление осадки примерно параллельно вертикальной кромке снимка

Следует отметить, что ПЭМ, также как и EBSD, выявила наличие равноосных кристаллитов, практически не содержащих субструктуры (рис. 2, б). В качестве важной особенности тонкой структуры можно также выделить неожиданно низкую плотность дислокаций в пределах зерен. Все это позволяет предположить, что интенсивность процессов возврата при криогенной деформации была, по-видимому, выше, чем ожидалась. К подобному заключению пришли также авторы работы [2], исследовавшие криогенную деформацию алюминия.

Также следует упомянуть, что ПЭМ практически не выявила кристаллитов, похожих на двойники. Таким образом, роль механического двойникования в условиях эксперимента была, вероятно, значительно ниже, чем следовало ожидать, исходя из анализа работ [3, 4].

Обобщая вышесказанное, можно предположить, что формирование структуры в ходе/после криогенной деформации, в целом, контролируется

сочетанием геометрического эффекта деформации с процессами рекристаллизации, фрагментации и двойникования.

#### **Выводы.**

Эволюция микроструктуры в ходе криогенной осадки технически чистой меди контролируется геометрическими условиями деформации, что ведет к сплющиванию зерен в ходе обжатия. Процесс фрагментации структуры затруднен. Основным механизмом деформации является «обычное» для ГЦК металлов  $\{111\}\langle 110\rangle$  дислокационное скольжение, а вклад механического двойникования невелик.

Автор выражает благодарность к.ф.-м.н Миронову С.Ю., д.т.н. Корзникову А.В. за помощь в обсуждении результатов.

#### **Литература.**

[1] Валиев Р.З, Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. - М.: Логос, 2000. 272 с.

[2] Y. Huang, P.B. Prangnell, The effect of cryogenic temperature and change in deformation mode on the limiting grain size in a severely deformed dilute aluminium alloy, *Acta Mater.* 56 (2008) 1619–1632.

[3] Y.S. Li, N.R. Tao, K. Lu, Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures, *Acta Mater.* 56 (2008) 230–241.

[4] Y. Zhang, N.R. Tao, K. Lu, Mechanical properties and rolling behaviors of nano-grained copper with embedded nano-twin bundles, *Acta Mater.* 56 (2008) 2429–2440.

[5] F.J. Humphreys, Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD), *Scripta Mater.* 51 (2004) 771–776.