раздел ФИЗИКА

УДК 544.032

DOI: 10.33184/bulletin-bsu-2021.1.4

**ВЛИЯНИЕ НАПРАВЛЕНИЯ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ
НА СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ МЕДИ М1****© Д. А. Аксенов^{1,2*}, Г. Н. Алешин¹, Р. Н. Асфандияров^{1,2},
Г. И. Рааб¹, Д. В. Гундеров^{1,2}, Г. И. Заманова³**¹Уфимский государственный авиационный технический университет
Россия, Республика Башкортостан, 450008 г. Уфа, ул. К. Маркса, 12.²Институт физики молекул и кристаллов УФИЦ РАН
Россия, Республика Башкортостан, 450075 г. Уфа, пр. Октября, 151.³Башкирский государственный университет
Россия, Республика Башкортостан, 450076 г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.

Тел.: +7 (962) 521 52 31.

*Email: aksyonovda@mail.ru

Метод интенсивной пластической деформации кручением широко применяется в исследовательских целях в связи с возможностью наблюдать структурные и фазовые изменения в критических для материала условиях. Существенное измельчение структуры и повышение прочности материалов происходит уже на первых этапах деформационной обработки методами интенсивной пластической деформации (ИПД). Известно, что реверсивное кручение позволяет более эффективно упрочнить материалы. Стоит отметить, что работы по реверсивному кручению проводились в основном на полных оборотах. В данной работе проведен анализ структурных изменений при количестве оборотов менее 1 как с применением реверсного кручения, так и без него. В качестве материала исследования выбрана технически чистая медь. Установлено, что реверсивное кручение позволяет более эффективно измельчить структуру по сравнению однонаправленным кручением, что связано с изменением вектора действующих сдвиговых напряжений. Основное измельчение происходит уже после $\frac{1}{4}$ оборота средний размер структурных составляющих составляет 95 ± 10 нм. При последовательной деформации по $\frac{1}{4}$ цикла приводит к более высокому среднему значению размера структурных элементов, чем при реверсивном кручении. Анализ области когерентного рассеивания (ОКР) и параметра решетки, показал, что с увеличением степени деформации происходит увеличение ОКР и уменьшение параметра решетки, что позволяет сделать вывод о том, что при увеличении степени деформации происходит некоторая релаксация структуры.

Ключевые слова: кручение под высоким давлением, технически чистая медь, наноматериалы.

Введение

Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) получили широкое распространение в связи с возможностью получения структуры субмикронного и наноразмеров [1]. Материалы, полученные методами ИПД, характеризуются повышенными прочностными характеристиками, кроме они обладают удовлетворительным уровнем пластичности [2–6]. При этом наиболее распространенными методами ИПД являются равноканальное угловое прессование и интенсивная пластическая деформация кручением. Если метод равноканального углового прессования (РКУП) имеет перспективы развития для промышленности в виде конформ процесса [7], так как в процессе деформации сечение образца не изменяется, то метод интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) характерен своими критическими нагрузками на образец, позволяющими достичь предел измельчения зеренной структуры. ИПДК является эффективным методом для получения размеров зерен

порядка 100 нм и меньше. Еще одним эффективным способом повышения прочности является реверсивное деформирование. Так в работе, проводимых на технически чистой меди [8] показано, что изменение направления в процессе кручения ведет к более существенному упрочнению чем деформация только в одном направлении. Кроме того, происходит уменьшение разницы между микротвердостью в центре и в середине образца. Между тем стоит отметить, что работы по реверсивному кручению зачастую связаны с 1 и более полных оборотов. В данной работе была поставлена задача изучить структурные изменения в пределах 1 оборота, в т.ч. с реверсивным кручением.

Материал исследования

В качестве материала исследования выбрана технически чистая медь марки М1. Исходное крупнозернистое состояние было получено путем отжига при температуре 600 °С в течение 2 ч в печи Nabertherm с последующей закалкой в воду. Средним размером зерна в исходном состоянии составил

55 ± 4 мкм (рис. 1). При этом в структуре наблюдаются многочисленные двойники отжига.

Рис. 1. Структура технически чистой меди М1 в исходном состоянии.

Деформация проводилась методом кручения под высоким давлением (КВД) – 6 ГПа и комнатной температуре. Режимы обработки и маркировка состояний представлены в табл. 1.

Степень накопленной деформации e считалась по формуле [8]:

$$e = 2\pi rN/\sqrt{3}h \quad (1),$$

где r – расстояние от оси вращения, N – количество оборотов, h – толщина образца.

Стрелками указаны направления вращения бойка: $\uparrow$ – по и $\downarrow$ – против часовой стрелки. Скорость деформирования – 1 об/мин. Исходные образцы имели диаметр 10 мм и толщину 2 мм. Нижний боек оснастки имел канавку глубиной 0.5 мм.

Таблица 1

Режимы обработки образцов М1 методом КВД

№	Количество и направление оборотов	Степень деформации, e
1	$\uparrow \frac{1}{4}$ оборота	1.84
2	$\uparrow \frac{1}{4}$ оборота + $\uparrow \frac{1}{4}$ оборота	5.67
3	$\uparrow \frac{1}{4}$ оборота + $\downarrow \frac{1}{4}$ оборота	5.67
4	$\uparrow 1$ оборот	11.34

Структурные исследования проводились в области образца R/2 с помощью растровой (Jeol JSM 6 490LV) и просвечивающей (Jeol Jem 2 100) электронной микроскопии. Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометре Rigaku Ultima IV по схеме «Брэгг–Брентано», с использованием $\text{CuK}\alpha$ излучения, генерированного при напряжении 40 кВ и токе 40 мА.

Результаты и обсуждение

Как показали электронно-микроскопические исследования деформированных образцов меди, в процессе КВД $\frac{1}{4}$ оборота формируется структура ячеистого типа. Наблюдаются скопления и переплетения дислокаций и несформировавшиеся границы. Кольцевой вид плотного расположения рефлексов на электронограммах свидетельствует о существенном измельчении структурных составляющих. Двойников деформационного происхождения не наблюдается. Неоднородный дифракционный контраст свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в теле зерен. Средний размер структурных составляющих при этом составляет $d_{cp} = 95 \pm 10$ нм.

а

б

в

Рис. 2. Микроструктура меди М1 после КВД $\uparrow \frac{1}{4}$ оборота: светопольное (а) и темнопольное изображение (б). Распределение фрагментов по размерам (в).

Рис. 3. Микроструктура меди М1 после КВД $\uparrow 1/4$ оборота, разгрузка, $+\uparrow 1/4$ оборота: светопольное (а) и темнопольное изображение (б).
Распределение фрагментов по размерам (в).

Рис. 4. Микроструктура меди М1 после КВД $\uparrow 1/4$ оборота, разгрузка, $+\downarrow 1/4$ оборота: светопольное (а) и темнопольное изображение (б).
Распределение фрагментов по размерам (в).

Поэтапная деформация в два этапа по четверти оборота с промежуточным снятием нагрузки на образец приводит к формированию наноструктуры подобной сформированной после четверти оборота. Наблюдаются множественные скопления и переплетения дислокаций. Средний размер фрагментов составляет 120 ± 10 нм, при этом можно отметить, что доля фрагментов выше 100 нм несколько выше по сравнению с состоянием после $1/4$ оборота.

После деформации в два этапа по четверти оборота с промежуточной разгрузкой и обратным вращением формируется наноструктура со множественными скоплениями и переплетениями дислокаций и несформировавшимися границами. Средний размер структурных составляющих составляет 90 ± 10 нм. Наблюдается высокая доля фрагментов менее 100 нм.

Повышение величины деформации до 1 оборота приводит к увеличению внутренних напряжений в теле зерен. Наблюдаются сформировавшиеся границы и области свободные от дислокаций. Средний размер структурных составляющих при этом не изменяется $d_{cp} = 90 \pm 10$ нм.

Данные по величине области когерентного рассеяния (ОКР), полученные рентгеноструктурным методом показывают, что после деформации $1/4$ оборота происходит сильное измельчение до 29 нм ($1/4$ оборота), а с увеличением деформации происходит некоторая релаксация структуры, в незначительной степени приводящая к повышению значений ОКР до 52 нм (1 оборот) (рис. 6а). Наблюдается снижение значения параметра решетки от величины 3.616(7) после $1/4$ оборота до 3.615(6) после 1 оборота (рис. 6б). Это может быть связано с высокой плотностью дислокаций, а также их перераспределением в теле и границах фрагментов.

Рис. 5. Микроструктура меди М1 после КВД $\uparrow 1$ оборота: светлопольное (а) и темнопольное изображение (б). Распределение фрагментов по размерам (в).

Рис. 6. Результаты рентгеноструктурного анализа: а) значения ОКР, б) параметра решетки.

Выводы

1. Установлено, что наиболее напряженное состояние структуры возникает после $\frac{1}{4}$ оборота и при дальнейшей деформации происходит некоторая релаксация структуры.

2. Схема реверсного кручения $\uparrow\frac{1}{4}$ оборота + $\downarrow\frac{1}{4}$ оборота ведет к формированию структуры с более мелкими фрагментами, средним размером ~ 90 нм, чем деформация на ту же степень реализуемая в одном направлении после которой средний размер зерна составляет ~ 120 нм. Данный эффект связан с изменением направления плоскостей скольжения.

Исследования проводились при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках проекта 0838-2020-0006 «Фундаментальные исследования новых принципов создания перспективных электромеханических преобразователей энергии с характеристиками выше мирового уровня, с повышенной эффективностью и минимальными удельными показателями, с использованием новых высокоэффективных электротехнических материалов».

ЛИТЕРАТУРА

1. Валиев Р. З., Александров И. В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с.
2. Lowe T., Valiev R. Z. Investigations and applications of severe plastic deformation, Springer Science & Business Media, (2012).
3. Zehetbauer M. J., Valiev R. Z. Nanomaterials by severe plastic deformation. John Wiley & Sons. 2006.
4. Zhu Y., Langdon T., Valiev R., Semiatin S., Shin D., Lowe T. Ultrafine grained materials III. The Minerals, Metals and Materials Society. Warrendale. PA. USA. 2004.
5. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / Progress in materials science. 2000. №45. Pp. 103–189.
6. Асфандияров Р. Н., Рааб Г. И., Аксенов Д. А., Гундеров Д. В., Заманова Г. И. Влияние немонойтонной и квазимонотонной деформации на структуру и свойства низколегированной бронзы системы Cu–Cr / Вестник Башкирского университета. 2018. Т. 23. №2. С. 269–273.
7. Raab G. I., Valiev R. Z., Lowe T. C., Zhu Y. T. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform / Materials Science and Engineering A. 2004. №382. P. 30–34.
8. Montazerolghaema H., Mohammadzadeh M. Experimental study on effect of reverse rotation on micro-hardness value of high-pressure torsion processed samples. Procedia Manufacturing. 2018. V. 15. P. 1509–1516.
9. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Progress in Materials Science. 2000. V. 45. P. 103–189.

Поступила в редакцию 30.10.2020 г.

INFLUENCE OF THE DIRECTION OF HIGH PRESSURE TORSION ON THE STRUCTURAL CHANGES OF COPPER M1

© D. A. Aksenov^{1,2*}, G. N. Aleshin¹, R. N. Asfandiyarov^{1,2},
G. I. Raab¹, D. V. Gunderov^{1,2}, G. I. Zamanova³

¹*Ufa State Aviation Technical University
12 Karl Marks Street, 450008 Ufa, Republic Bashkortostan, Russia.*

²*Institute of Molecule and Crystal Physics, Ufa Federal Research Center of RAS
151 Oktyabrya Avenue, 450075 Ufa, Republic Bashkortostan, Russia.*

³*Bashkir State University
32 Zaki Validi Street, 450076 Ufa, Republic Bashkortostan, Russia.*

Phone: +7 (962) 521 52 31.

*Email: aksyonovda@mail.ru

The method of severe plastic deformation by torsion is widely used for research purposes due to the ability to observe structural and phase changes under critical conditions for a material. A significant refinement of the structure and an increase in the strength of materials occurs already at the first stages of deformation processing by SPD methods. It is known that reversible torsion allows materials to be hardened more efficiently. It should be noted that the reverse torsion work was carried out mainly at full turns. In this work, the analysis of structural changes with the number of turns less than 1 is carried out both with the use of reverse torsion and without it. Technically pure copper was selected as the research material. It was established that reverse torsion makes it possible to refine the structure more efficiently in comparison with unidirectional torsion, which is associated with a change in the vector of acting shear stresses. The main grinding occurs already after a 1/4 turn, the average size of the structural components is 95 ± 10 nm. With successive deformation along 1/4 of the cycle, it leads to a higher average value of the size of the structural elements than with reverse torsion. An analysis of the CSR and the lattice parameter showed that with an increase in the degree of deformation, an increase in the CSR and a decrease in the lattice parameter occur, which allows us to conclude that with an increase in the degree of deformation, some relaxation of the structure occurs.

Keywords: high pressure torsion, technically pure copper, nanomaterials.

Published in Russian. Do not hesitate to contact us at bulletin_bsu@mail.ru if you need translation of the article.

REFERENCES

1. Valiev R. Z., Aleksandrov I. V. Ob'emnye nanostrukturnye metallicheskie materialy [Bulk nanostructured metal materials]. Moscow: IKTs «Akademkniga», 2007.
2. Lowe T., Valiev R. Z. Investigations and applications of severe plastic deformation, Springer Science & Business Media, (2012).
3. Zehetbauer M. J., Valiev R. Z. Nanomaterials by severe plastic deformation. John Wiley & Sons. 2006.
4. Zhu Y., Langdon T., Valiev R., Semiatin S., Shin D., Lowe T. Ultrafine grained materials III. The Minerals, Metals and Materials Society. Warrendale. PA. USA. 2004.
5. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / Progress in materials science. 2000. No. 45. Pp. 103–189.
6. Asfandiyarov R. N., Raab G. I., Aksenov D. A., Gunderov D. V., Zamanova G. I. Vliyanie nemonotonnoi i kvazimonotonnoi deformatsii na strukturu i svoystva nizkolegirovannoi bronzy sistemy Cu–Cr / Vestnik Bashgu. 2018. Vol. 23. No. 2. Pp. 269–273.
7. Raab G. I., Valiev R. Z., Lowe T. C., Zhu Y. T. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform / Materials Science and Engineering A. 2004. No. 382. Pp. 30–34.
8. Montazerolghaema H., Mohammadzadeh M. Experimental study on effect of reverse rotation on micro-hardness value of high-pressure torsion processed samples. Procedia Manufacturing. 2018. Vol. 15. Pp. 1509–1516.
9. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Progress in Materials Science. 2000. Vol. 45. Pp. 103–189.

Received 30.10.2020.