

УДК 539.67

Белошенко В. А.
Пилипенко А. Н.
Чишко В. В.

ВЛИЯНИЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ОТЖИГА НА ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ МЕДИ

Материалы с ультрамелкозернистой (субмикро- и нанокристаллической) структурой представляют интерес из-за их уникального комплекса механических и физических свойств. Как известно, эффективным методом формирования такого состояния является пластическая деформация [1]. При этом комбинированная деформация, сочетающая различные схемы нагружения материала, позволяет реализовать интенсифицированное движение дефектов, приводящее к формированию структур, характеризующихся сочетанием высоких прочности и пластичности [2]. Наряду с механическими характеристиками, значительное внимание исследователей привлекают такие свойства, как демпфирующая способность, упругость и неупругость интенсивно деформированных материалов [3]. Для их исследования применяется метод внутреннего трения (ВТ), являющийся одним из наиболее структурно-чувствительных методов, применяемых в физическом материаловедении [4]. Интерес к меди и сплавам на ее основе обусловлен их широким использованием в качестве конструкционных коррозионно-стойких, тепло- и электропроводящих материалов. Кроме того, медь является идеальным модельным материалом для установления эффектов деформационно-термической обработки, поскольку характеризуется отсутствием полиморфных превращений. На текущий момент накоплен значительный массив данных касательно влияния на спектр ВТ меди отжига и пластической деформации методами экструзии, волочения, прокатки, равноканального углового прессования и др. [3–6]. В то же время, сведения об упругих и неупругих эффектах при сочетании различных схем нагружения крайне ограничены.

Целью данной работы являлось исследование релаксационных процессов в субмикрокристаллической меди после комбинированной пластической деформации и отжига в широком температурном интервале.

Материалы и методы исследования.

В качестве объектов исследования использовали образцы меди марок М0б, FRTP и М1. Образцы деформировали по следующим схемам: 1) гидроэкструзия (ГЭ) + волочение (В), 2) угловая гидроэкструзия (УГЭ) [7] + ГЭ + В, 3) стандартная прокатка на гладких валах (СП), 4) комбинированная прокатка со сдвигом (КП) [2].

Измерения динамического модуля сдвига и ВТ осуществляли с помощью автоматизированной системы релаксационной спектроскопии [8]. Исследуемые образцы имели диаметр 2,0 мм и длину рабочей части 90 мм. Амплитуда колебаний соответствовала амплитудонезависимой области и составляла $1 \cdot 10^{-5}$, частота – 60 Гц, скорость изменения температуры – 2 К/мин. Термообработку (нагрев до заданной температуры со скоростью 2 К/мин с последующим охлаждением до комнатной) проводили в вакууме непосредственно в установке ВТ без перемонтажа образца.

Структуру деформированных и отожженных образцов (диаметром 2,0 мм) изучали методами просвечивающей (ПЭМ) и сканирующей (СЭМ) электронной микроскопии. Отжиг образцов для структурных исследований осуществляли непосредственно в установке ВТ.

Результаты исследований и обсуждение.

На рис. 1 представлены температурные зависимости внутреннего трения (ТЗВТ) деформированных методами ГЭ и В и отожженных образцов исследуемой меди. На кривых ТЗВТ деформированных образцов в интервале температур 550 – 1000 К присутствуют два максимума ВТ. Поскольку процессы, происходящие в данном интервале температур в меди,

являются релаксационными [4], для оценки величины их энергии активации H использовали формулу Верта-Маркса:

$$H = RT_{\max} \ln \frac{kT_{\max}}{hf_{\max}}, \quad (1)$$

где R – число Авогадро, h – постоянная Планка, k – постоянная Больцмана, T_{\max} – температура максимума ВТ, f_{\max} – частота собственных колебаний образца, соответствующая максимуму ВТ.

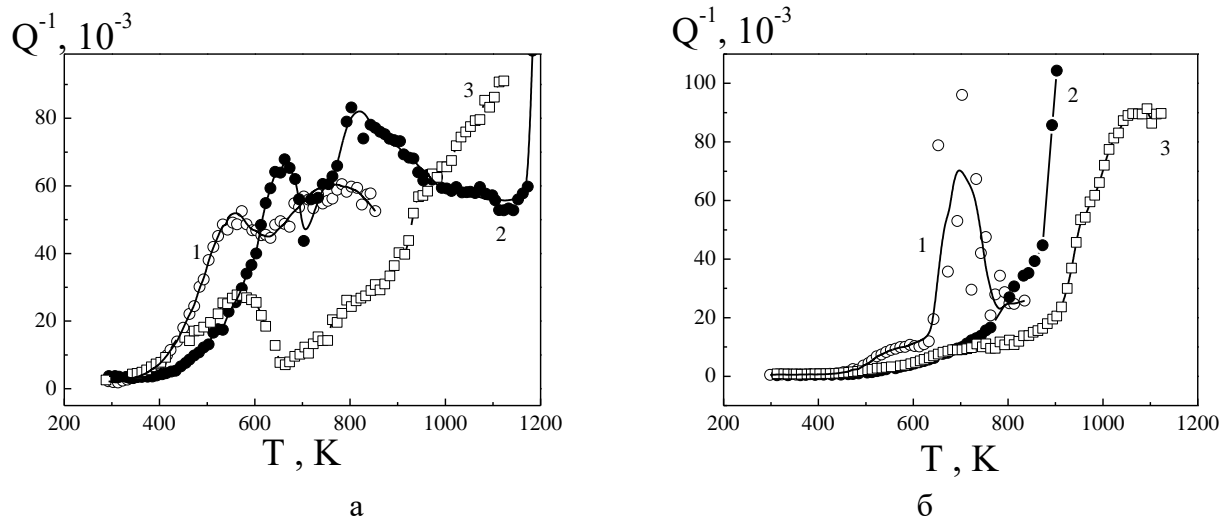


Рис. 1. ТЗВТ деформированных (а) и отожженных (б) образцов меди М0б (1), FRTP (2) и М1 (3), полученных ГЭ и В

Наблюдаемый при температуре 560 – 660 К пик ВТ – асимметричный, ему соответствуют необратимые изменения на соответствующих зависимостях динамического модуля упругости (эффект Кёстера). Судя по величине энергии активации (табл. 1), данный пик обусловлен процессами рекристаллизации [4]. В случае меди FRTP наблюдается увеличение T_{\max} от 560 до 660 К (рис. 1а, кривая 3). Такое поведение полностью укладывается в рамки традиционных представлений о влиянии примесей на процесс рекристаллизации. Выделение в металле легирующих примесей на дислокациях, мало- и высокоугловых границах зерен тормозит их перераспределение и миграцию, задерживая зарождение и рост центров рекристаллизации [9]. Исследования образца меди FRTP с помощью СЭМ и энергодисперсионной приставки для локального анализа химического состава показали, что при отжиге в нем происходит сегрегация примесей по границам зерен (рис. 2а). Наблюдается перераспределение элементов, образец становится неоднородным по составу, формируются участки, обедненные Cu и обогащенные Fe (до 2 %), Zn (до 4.5 %), Pb (до 47 %) и S (до 11 %). Сера оказывает наиболее существенное влияние на рост зерен, повышая энергию активации диффузии. По-видимому, это и является основной причиной увеличения T_{\max} .

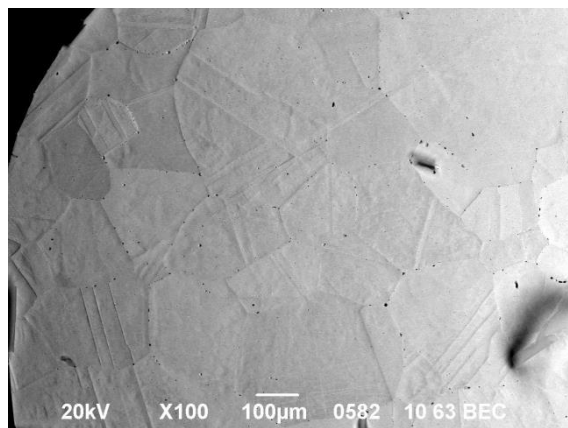
Помимо рекристаллизационного, в деформированных образцах меди наблюдается второй пик ВТ при температурах выше 700 К (рис. 1). В образце меди М0б он расположен при 750 К, в FRTP – при 825 К, а в М1 проявляется в виде перегиба при 940 К. Такой разброс значений T_{\max} позволяет предположить различную природу указанного пика ВТ в исследуемых образцах. В пользу данного предположения свидетельствуют следующие факты. 1. Наличие при указанных температурах дефекта модуля в меди М1 и его отсутствие для М0б и FRTP на соответствующих зависимостях динамического модуля упругости. 2. Различия в структурах (рис. 2) и ТЗВТ (рис. 1б) исследуемых образцов после отжига. В меди М0б при 700 К регистрируется пик ВТ, обусловленный зернограницной релаксацией (табл. 1, [4]). В образце меди FRTP зернограницный пик вырождается (при 815 К обнаруживаются лишь

его «следы»), что может быть обусловлено сегрегацией при отжиге примесей на границах зерен, затрудняющих зернограницное проскальзывание (рис. 2а). В образце М1 зернограницная релаксация не проявляется, а при $T > 1050$ К величина ВТ выходит на насыщение, что может быть связано с формированием в нем при отжиге «бамбуковой» структуры (рис. 2б). Таким образом, исходя из существующих представлений [4, 5], наблюдаемый в деформированных образцах М06 и F RTP при 750 и 825 К, соответственно, пик ВТ можно идентифицировать как обусловленный специальными, а также малоугловыми границами зерен, формирующимися при деформационной обработке. Его природа в настоящее время однозначно не выяснена [5]. Пик ВТ, наблюдаемый при 940 К в деформированных образцах меди М1, по-видимому, связан с формированием в них «бамбуковой» структуры [5, 10].

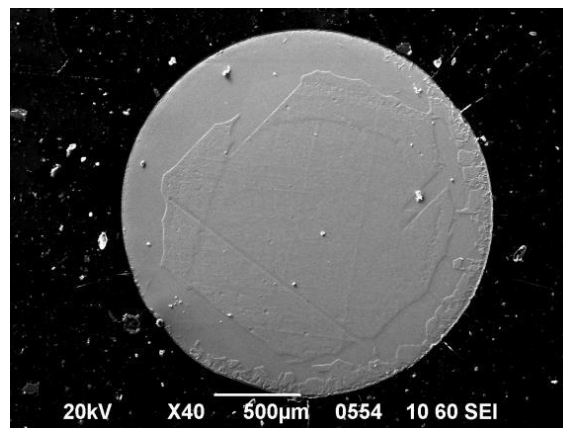
Таблица 1

Параметры максимумов ВТ исследуемых образцов меди

Марка меди	Схема обработки	Состояние образца	T_{max} , К	H, эВ
М06	ГЭ + В	деформированное	560	1,28
			750	1,76
	УГЭ + ГЭ + В	деформированное	700	1,6
			520	1,18
		отожженное	655	1,48
			600	1,36
F RTP	ГЭ + В	деформированное	660	1,49
			825	1,9
	УГЭ + ГЭ + В	отожженное	815	1,89
			675	1,52
		деформированное	700	1,6
			отожженное	700
М1	ГЭ + В	деформированное	565	1,3
			940	2,3
		отожженное	1050	2,5
	СП	деформированное	545	1,24
			665	1,54
		отожженное	865	2,1
			560	1,29
	КП	деформированное	535	1,23
			655	1,51
			860	2,02
		отожженное	745	1,73



а



б

Рис. 2. Структура (СЭМ) отожженных образцов меди F RTP (а) и М1 (б), полученных ГЭ и В

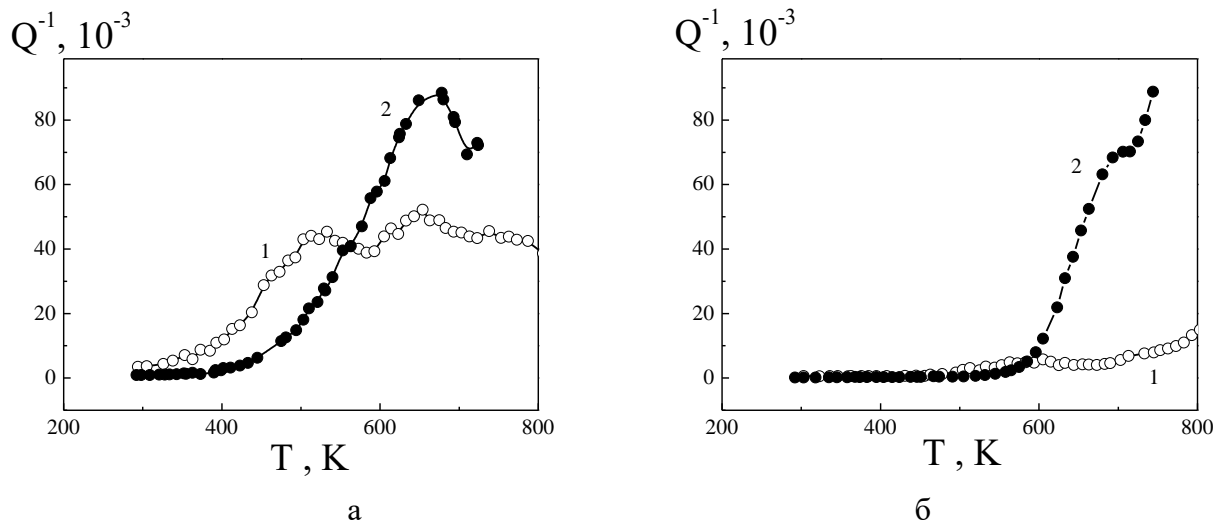


Рис. 3. ТЗВТ деформированных (а) и отожженных (б) образцов меди М0б (1) и FRTP (2), полученных по схеме: УГЭ + ГЭ + В

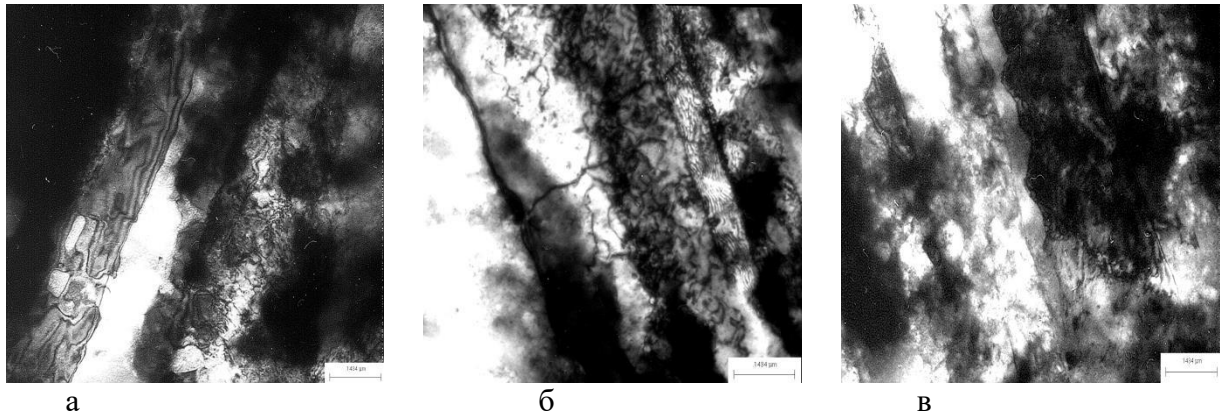


Рис. 4. Структура (ПЭМ) деформированных образцов меди FRTP, полученных по схемам ГЭ + В (а); УГЭ + ГЭ + В (б, в)

Включение в схему обработки знакопеременной деформации методом УГЭ приводит в случае меди М0б к понижению температуры рекристаллизационного максимума до 520 К, его сужению и уменьшению высоты, а также сдвигу кривой ТЗВТ влево (рис. 3а, кривая 1). Такое поведение соответствует известным представлениям об изменении параметров рекристаллизационного пика с уменьшением размера зерен при интенсивной пластической деформации [4, 5]. В случае меди FRTP наблюдается увеличение высоты и температуры рекристаллизационного максимума на 15 К (рис. 3а, кривая 2). Исследования структуры деформированного образца меди FRTP методом ПЭМ показали, что при монотонном деформировании ГЭ и В в нем формируется полосчатая структура с размером полос 150 – 200 нм, в которых наблюдаются экстинкционные контуры, свидетельствующие об упругом изгибе в матрице (рис. 4а). Структура образца, подвергнутого комбинированной деформации с использованием УГЭ, характеризуется наличием полос двух типов – толщиной 500 – 700 нм и менее 100 нм. В тонких полосах наблюдаются либо фринч-контраст (рис. 4б), свидетельствующий о больших внутренних напряжениях; либо фринч-контраст и дислокации отсутствуют, но границы этой полосы имеют зубчатый характер (рис. 4в). Очевидно, в матрице присутствуют стопоры, влияющие на миграцию границ зерен. Таким образом, можно предположить, что данные факты в совокупности с показанным ранее перераспределением примесей являются определяющими в наблюдаемых изменениях параметров рекристаллизационного пика образца меди FRTP, полученного с использованием комбинированной пластической деформации.

Характер поведения ТЗВТ отожженных образцов меди (рис. 3б), полученных комбинированной деформацией, аналогичен таковому для меди, подвергавшейся монотонному формоизменению, с тем отличием, что зернограничная релаксация в них происходит раньше. Это можно объяснить формированием при комбинированной деформации более мелкозернистой структуры с неравновесными границами зерен, на которых релаксация напряжений реализуется при более низких температурах.

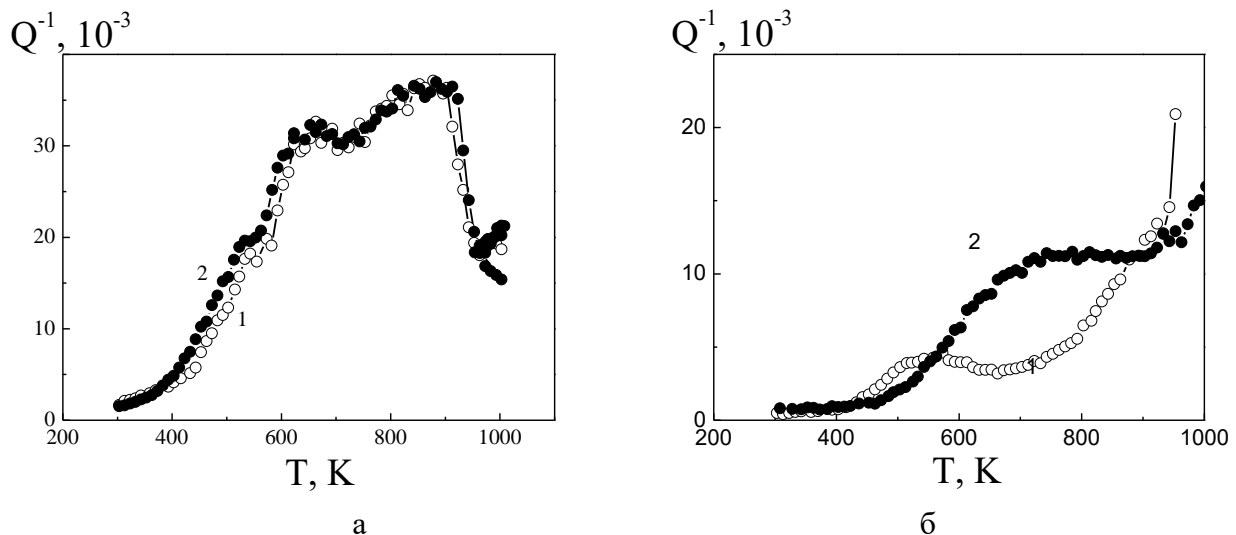


Рис. 5. ТЗВТ деформированных (а) и отожженных (б) образцов меди М1, полученных СП (1) и КП (2)

На рис. 5 представлены ТЗВТ образцов меди М1, полученных прокаткой по стандартной и комбинированной технологии. На ТЗВТ деформированных образцов наблюдаются три пика ВТ при температурах 545 К, 665 К, 865 К и 535 К, 655 К, 860 К для СП и КП, соответственно. Судя по температурному положению и величине энергии активации, первые два максимума соответствуют пику рекристаллизации, разделенному на два близких максимума из-за анизотропии. В пользу данного предположения свидетельствуют данные СЭМ. В продольном сечении деформированных по стандартной технологии образцов наблюдается типичная для прокатки полосчатая структура смешанного типа, состоящая из равноосных и деформированных зерен разной формы (рис. 6а). При этом в центре зерна менее деформированные, чем на краю. По данным [2] структура исследуемых образцов характеризуется наличием сильной анизотропии. После комбинированной прокатки полосчатость менее выражена, зерна более мелкие и имеют вытянутую волнообразную форму (рис. 6б). Степень анизотропии несколько снижается. Третий пик ВТ (рис. 5а) имеет деформационную природу, о чем свидетельствует его исчезновение при повторном нагреве (рис. 5б).

После отжига на ТЗВТ исследуемых образцов наблюдается только один пик ВТ, обусловленный зернограничной релаксацией (рис. 5б). При этом T_{\max} в образце, деформированном комбинированной прокаткой, выше таковой для образца, полученного по стандартной технологии. Эффект может быть связан с тем, что при отжиге в образце, полученном комбинированной прокаткой, формируется структура с большим размером зерен (рис. 6г), из-за чего релаксация напряжений реализуется при более высоких температурах.

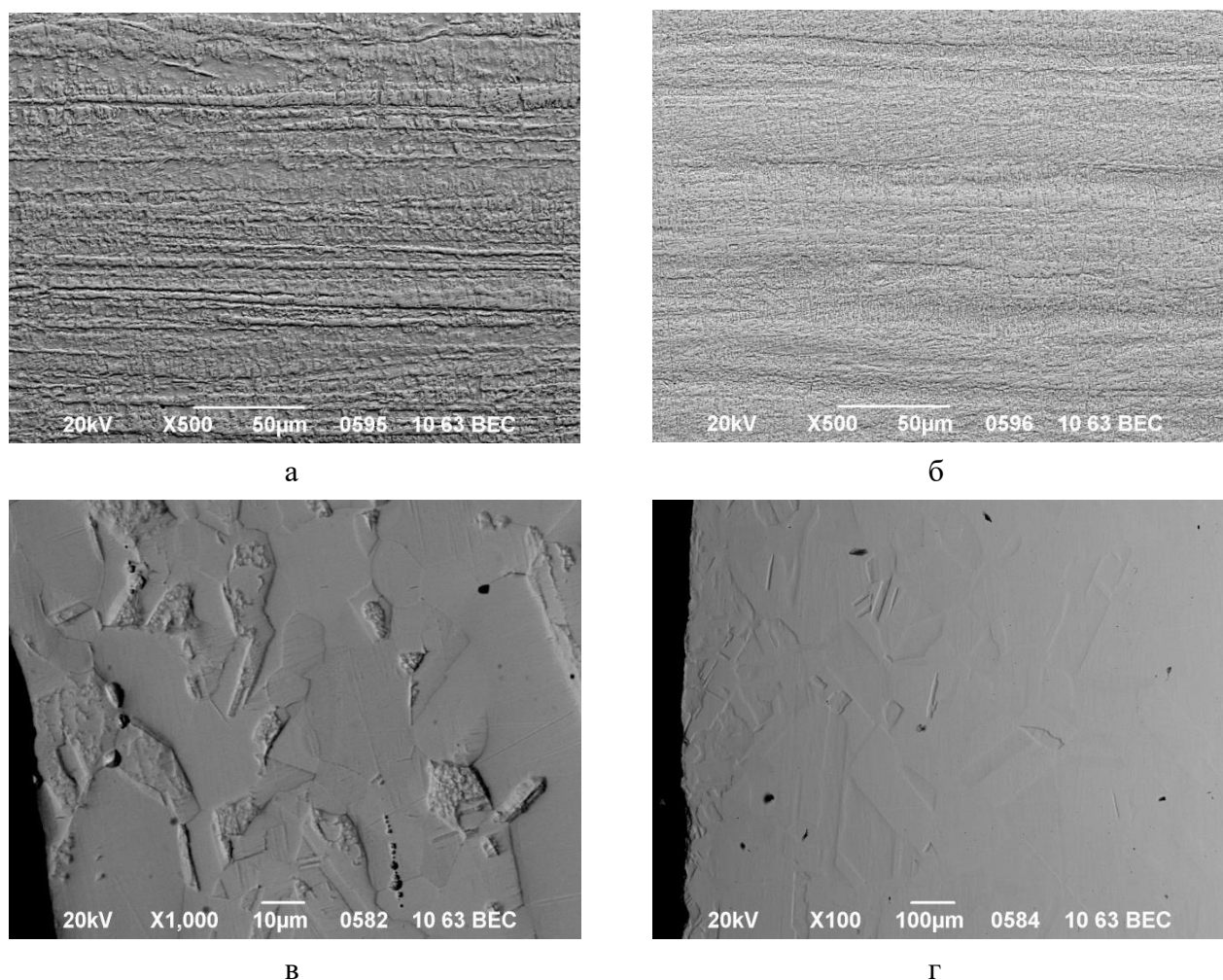


Рис. 6. Структура (СЭМ) деформированных (а, б) и отожженных (в, г) образцов меди М1, полученных стандартной (а, в) и комбинированной (б, г) прокаткой

ВЫВОДЫ

У меди марок М0б и М1 комбинированная пластическая деформация со сдвигом понижает температуру начала рекристаллизационных процессов в сравнении с образцами, подвергнутыми монотонному формоизменению. Эффект связан с формированием более мелкозернистой структуры с неравновесными границами зерен. В случае меди FRTP наблюдаемая при отжиге сегрегация примесей на границах зерен тормозит процесс рекристаллизации независимо от схемы деформирования. Схожие зависимости наблюдаются и для зернограничной релаксации. В образцах, полученных комбинированной прокаткой со сдвигом, релаксация напряжений происходит при более высоких температурах вследствие формирования при отжиге структуры с большим размером зерен.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Валиев Р.З. *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией* / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
2. Пащинская Е.Г. *Физико-механические основы измельчения структуры при комбинированной пластической деформации* / Е.Г. Пащинская. – Донецк: изд-во «Вебер» (Донецкое отделение), 2009. – 352 с.
3. Головин И.С. *Зернограничная релаксация в меди до и после равноканального углового прессования и рекристаллизации* / И.С. Головин // ФММ. – 2010. – № 4(110). – С. 424–432.
4. Blanter M.S. *Internal Friction in Metallic Materials* / M.S. Blanter, I.S. Golovin, H. Neuhauser, H.-R. Sinning – Springer-Verlag Berlin: Heidelberg, 2007. – 539 p.

5. Головин И.С. *Внутреннее трение и механическая спектроскопия металлических материалов* / И.С. Головин. – : учеб. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2012. – 247 с.
6. Mulyukov R. R. *Internal friction of submicrocrystalline metal* / R. R. Mulyukov // *Metal Science and Heat Treatment*, 1998. – № 7-8(40). – P. 341–345.
7. *Равноканальная угловая гидроэкструзия – эффективный метод формирования субмикроструктурного состояния материалов* / В.З. Спусканюк, Т.Е. Константинова, А.А. Давиденко, И.М. Коваленко, Т.А. Закорецкая, Л.Ф. Сенникова, Н.Н. Белоусов, Л.В. Лоладзе, А.В. Завдоев // В кн. «Физико-механические проблемы формирования структуры и свойств материалов методом обработки давлением». – Краматорск, Украина, 2007. – С. 37–42.
8. Пилипенко А.Н. *Автоматизированная система релаксационной спектроскопии* / А.Н. Пилипенко // *Физика и техника высоких давлений*. – 2013. – №4(23). – С. 135–143.
9. Семененко В.Е. *Особенности рекристаллизации меди высокой степени чистоты* / В.Е. Семененко, Д.В. Лысан, Т.А. Коваленко // *Вісник Харківського університету. Серія: фізична «Ядра, частинки, поля»*, 2011. – №1(49). – № 946. – С. 70–74.
10. Roberts J.T.A. *On the High-Temperature Relaxation Peak in F.C.C. Metals* / J.T.A. Roberts and P. Barrant // *Metal Science Journal*. – 1969. – (3). – P. 97–103.

REFERENCES

1. Valiev R.Z. *Nanostrukturnye materialy, poluchennyye intensivnoy plasticheskoj deformaciej* / R.Z. Valiev, I.V Aleksandrov. – М.: Logos, 2000. – 272 s.
2. Pashinskaja E.G. *Fiziko-mehaniicheskie osnovy izmel'chenija struktury pri kombinirovannoj plasticheskoj deformacii* / E.G. Pashinskaja. – Doneck: izd-vo «Veber» (Doneckoe otделение), 2009. – 352 s.
3. Golovin I.S. *Zernogranichnaja relaksacija v medi do i posle ravnokanal'nogo uglovogo pressovanija i rekristallizacii* / I.S. Golovin // *FMM*. – 2010. – № 4(110). – С. 424–432.
4. Blanter M.S. *Internal Friction in Metallic Materials* / M.S. Blanter, I.S. Golovin, H. Neuhauser, H.-R. Sinning – Springer-Verlag Berlin: Heidelberg, 2007. – 539 p.
5. Golovin I.S. *Vnutrennee trenie i mehanicheskaia spektroskopija metallicheskih materialov* / I.S. Golovin. – : ucheb. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2012. – 247 с.
6. Mulyukov R. R. *Internal friction of submicrocrystalline metal* / R. R. Mulyukov // *Metal Science and Heat Treatment*, 1998. – № 7-8(40). – R. 341–345.
7. *Равноканальная угловая гидроэкструзия – эффективный метод формирования субмикроструктурного состояния материалов* / В.З. Спусканюк, Т.Е. Константинова, А.А. Давиденко, И.М. Коваленко, Т.А. Закорецкая, Л.Ф. Сенникова, Н.Н. Белоусов, Л.В. Лоладзе, А.В. Завдоев // В кн. «Физико-механические проблемы формирования структуры и свойств материалов методом обработки давлением». – Краматорск, Украина, 2007. – С. 37–42.
8. Пилипенко А.Н. *Автоматизированная система релаксационной спектроскопии* / А.Н. Пилипенко // *Физика и техника высоких давлений*. – 2013. – №4(23). – С. 135–143.
9. Семененко В.Е. *Особенности рекристаллизации меди высокой степени чистоты* / В.Е. Семененко, Д.В. Лысан, Т.А. Коваленко // *Вісник Харківського університету. Серія: фізична «Ядра, частинки, поля»*, 2011. – №1(49). – № 946. – С. 70–74.
10. Roberts J.T.A. *On the High-Temperature Relaxation Peak in F.C.C. Metals* / J.T.A. Roberts and P. Barrant // *Metal Science Journal*. – 1969. – (3). – R. 97–103.

Белошенко В. А. – д-р техн. наук, проф., директор ДонФТИ

Пилипенко А. Н. – мл. научн. сотр. ДонФТИ

Чишко В. В. – канд. техн. наук, ст. научн. сотр. ДонФТИ

ДонФТИ – Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины,
г. Киев.

E-mail: pik70@mail.ru

Статья поступила в редакцию 24.03.2017 г.