

PACS: 81.40.-z

М.А. Кралюк¹, О.Г. Пашинська³, М.М. Власенко², І.І. Тищенко³

ФІЗИЧНІ ПРОЦЕСИ, ЩО ВПЛИВАЮТЬ НА ФОРМУВАННЯ
МІКРОСТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ МІДІ
ПІД ЧАС ІНТЕНСИВНОЇ ХОЛОДНОЇ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ

¹Донецький науково-дослідний інститут судових експертиз МЮ України
вул. Дубравна, 1б, м. Донецьк, 83087, Україна

²Донецький фізико-технічний інститут ім. О.О. Галкіна НАН України
вул. Р. Люксембург, 72, м. Донецьк, 83114, Україна

³Донецький національний технічний університет
вул. Артема, 58, м. Донецьк, 83001, Україна

Стаття надійшла до редакції 13 липня 2011 року

За допомогою експериментальних досліджень визначено фізичні процеси, під впливом яких формуються структура і властивості міді М1 в умовах холодної інтенсивної пластичної деформації (ХПД) розтягуванням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний. Показано зв'язок рівня фізико-механічних характеристик з еволюцією зеренної структури та процесами дифузійного масопереносу, внутрішньозеренного ковзання, зернограничного ковзання зі зростанням ступеня деформації.

Ключові слова: структура, механічні властивості, мідь, інтенсивна пластична деформація, механізми деформації

Понад п'ятдесят років у науці відомий ефект пластифікації твердих тіл, що проявляється в течії матеріалів при підвищенні ступеня деформації [1]. На даний час появу даного ефекту пояснюють здрібнюванням структури досліджуваних матеріалів у результаті інтенсивного деформування до одержання розміру зерна порядку 1 μm .

Явище різкого подрібнення зерна пов'язують з отриманням високої густини дефектів кристалічної будови, розвитком динамічного повернення і навіть початкових стадій динамічної рекристалізації. Звертається увага на те, що на процес післядеформаційних структурних змін поряд з типом ґратки, яка обумовлює кількість систем ковзання, і інтенсивністю деформації так само впливає схема додавання деформуючих навантажень [2–6]. Наприклад, показано, що накопичення дефектів під час комбінованої пластичної деформації крутінням і розтягуванням складним чином залежить від кількості обертів, а також від напрямку обертання. Отже, слід враховувати, чи здійснюється обертання тільки в одному напрямку або в різні боки [6].

У наукових роботах [7–9] обговорюються питання впливу на формування ультрадрібного зерна значної інтенсифікації масопереносу в умовах ХІПД.

Метою роботи є визначення загальних процесів під час комбінованої холодної пластичної деформації міді, яка полягає в розтягуванні з крутінням, зі зміною напрямку обертання на протилежний, що впливає на формування мікроструктури, а отже, визначає одержання певного комплексу властивостей.

Матеріал і методики досліджень

Зразки мідного дроту марки М1 розміром $\varnothing 2.23 \times 300$ mm випробували на крутіння з одночасним розтягуванням на установці К-5 (ДСТУ 1545–80).

Напрямок обертання під час крутіння після досягнення визначеної кількості обертів N_1 змінювали на протилежне з кількістю обертів N_2 . Навантаження, що розтягує, було постійним – 48 N.

Ступінь деформації, який отримували мідні зразки у процесі комбінованого деформування крутінням з одночасним розтягуванням, визначали за формулою: $\varepsilon = \frac{\pi n d}{l}$, де n – сумарна кількість обертів, d – діаметр зразка, l – довжина зони деформації [10].

Після деформації на зразках вимірювали електроопір 4-зондовим методом. Оцінювали відносне змінення електроопору в порівнянні з вихідним недеформованим станом $\Delta\rho/\rho_0$ за формулою: $\Delta\rho/\rho_0 = \frac{\rho_i - \rho_0}{\rho_0} \times 100\%$, де ρ_i –

електроопір i -го зразка, ρ_0 – електроопір вихідного (недеформованого) зразка.

Для визначення зерен і межі між зернами виготовляли шліфи, які піддавали поліровці й травленню. Травитель містить наступні компоненти, %: 50 HNO_3 , 25 H_3PO_4 та 25 CH_3COOH [11].

Металографічний аналіз проводили на мікроскопі «Axiovert 40 MAT», фотографування елементів структури – за допомогою фотокамери «Nikon Coolpix 2000». Мікротвердість вимірювали на приладі ПМТ-3 при навантаженні 0.25 N з фіксованим кроком у подовжньому (1 mm) і поперечному (0.2 mm) напрямках.

Для визначення щільності було проведено гідростатичне зваження зразків у спирті. Результати обробляли за допомогою програми «Statistica 5.5».

Результати експерименту та їх обговорення

Комбінована пластична деформація міді марки М1 розтягуванням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний характеризується періодичним змінням структури й властивостей [12,13].

Аналіз структури зразків після комбінованого навантаження за описаною вище схемою, проведений у наших попередніх роботах [12,13], дозволив установити наступну періодично повторювану послідовність її еволюційних переходів: фрагментована структура → фрагментовано-рекристалізована структура → повністю рекристалізована структура → фрагментована структура.

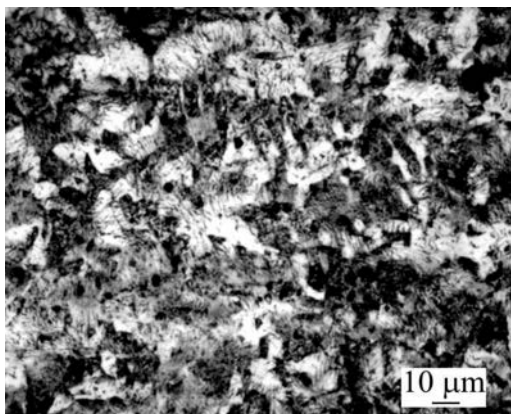


Рис. 1. Мікроструктура міді марки М1 після комбінованої деформації розтяганням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний ($\epsilon = 421\%$)

Утворення субмежей у тілі зерен, з точки зору [15], пояснюється переплетенням такого виду дислокацій.

Рухомі дислокації, що утворюються в матеріалі після прикладання деформуючого навантаження, взаємодіють з нерівновісними вакансіями, виникнення яких зумовлене дифузійним (пов'язаним з генерацією та рухом міжвузельних атомів) механізмом масопереносу [7–9]. Вплив вакансій на фізико-механічні властивості може бути великим, але дуже складно вивчати вакансії безпосередньо. Тому для більш детального вивчення процесів зароджування й анігіляції вакансій, що супроводжують етапи трансформації мікроструктури, розглянемо характер змінення електроопору досліджуваного матеріалу від ступеня деформації. Відомо [7,16], що суттєвий вплив на електроопір чинять крапкові дефекти. За оцінками [16], внесок міжвузельних атомів у змінення опору приблизно у два рази сильніший за вплив вакансій (у перерахунку на at.%), вплив інших дефектів на декілька порядків менший.

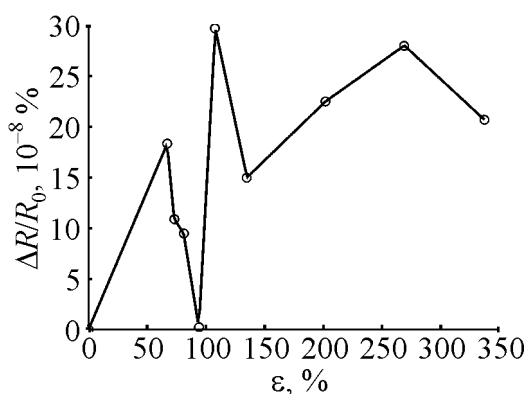


Рис. 2. Залежність змінення відносного електроопору від ступеня деформації

У результаті мікроструктурного дослідження встановлено, що формування фрагментовано-рекристалізованої структури супроводжується утворенням смуг ковзання, а також субмежей у тілі зерен (рис. 1). Утворення в структурі міді смуг ковзання, на думку авторів [14], є наслідком розподілу енергії деформації через формування великої кількості плоских скупчень рухомих незакріплених дислокацій. Їхня велика кількість пояснюється тим фактом, що мідь має невисокі значення енергії дефекту упаковки. Виник-

нення субмежей у тілі зерен, з точки зору [15], пояснюється переплетенням такого виду дислокацій. Рухомі дислокації, що утворюються в матеріалі після прикладання деформуючого навантаження, взаємодіють з нерівновісними вакансіями, виникнення яких зумовлене дифузійним (пов'язаним з генерацією та рухом міжвузельних атомів) механізмом масопереносу [7–9]. Вплив вакансій на фізико-механічні властивості може бути великим, але дуже складно вивчати вакансії безпосередньо. Тому для більш детального вивчення процесів зароджування й анігіляції вакансій, що супроводжують етапи трансформації мікроструктури, розглянемо характер змінення електроопору досліджуваного матеріалу від ступеня деформації. Відомо [7,16], що суттєвий вплив на електроопір чинять крапкові дефекти. За оцінками [16], внесок міжвузельних атомів у змінення опору приблизно у два рази сильніший за вплив вакансій (у перерахунку на at.%), вплив інших дефектів на декілька порядків менший.

Як видно з рис. 2, при поступовому збільшенні кількості обертів під час зміни напрямку обертання на протилежний змінення електроопору зразків має складну залежність, яка полягає в наступному: розтягнення з крутінням в одному напрямку призводить до зростання значень опору в наслідок збільшення міжатомних відстаней у кристалічній ґратці міді в результаті накопичення в ній кількості дефектів кристалічного походження, у тому числі дис-

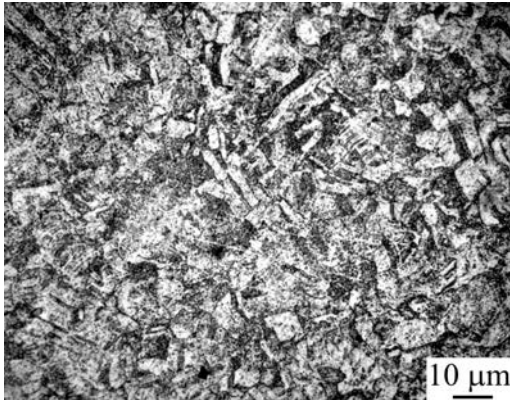


Рис. 3. Разорієнтація частинок кристалів міді відносно один до одного після комбінованої деформації розтягуванням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний ($\epsilon = 146\%$)

схемою також встановлено, що відбувається переміщення окремих кристалітів відносно один до одного (рис. 3), а це, на думку авторів роботи [17], обумовлює зменшення внутрішньої енергії полікристалів.

Експериментальним шляхом встановлено, що максимальна кількість енергії, яка накопичується міддю в процесі деформації, складає 2000 J/kg [17]. Відомо [18], що частку енергії буде використано для нагрівання зразка на декілька десятків градусів.

Авторами [19] показано, що під час холодної деформації мідних зразків крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний на їх поверхні спостерігалось підвищення температури до 90°C. При цьому дане значення температури оцінюється як середнє, тобто у визначеному місці очікуватиметься більш високе її значення.

Під час ХПД крутінням під тиском ($\epsilon = 6.4$) встановлено теплові ефекти, пов'язані з виділенням накопиченої енергії деформації [3]. Показано, що виділення тепла у зразках відбувається приблизно при температурі відпалу близько 90°C. При цьому тепловий ефект у даних зразках складає приблизно 0.506 J/g.

У ході реалізації деформації розтягуванням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний при кімнатній температурі нами встановлено протікання в об'ємі міді процесів рекристалізації [12,13], що підтверджує наявність теплових ефектів (рис. 4).

Виходячи з вищенаведеного дослідження, можна дійти висновку, що на періодично повторювану послідовність структурних перетворень міді в умовах комбінованого деформування розтягненням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний впливають два загальних фактора: протікання в її об'ємі процесів масопереносу та теплових ефектів, пов'язаних з накопиченням і виділенням енергії деформації. Таким чином,

локацій і вакансій. Зміна напрямку обертання на протилежний призводить до часткової взаємної анігіляції дефектів в умовах взаємодії з рухомими дислокаціями, що зумовлює падіння електроопору практично до значень вихідного стану міді. З подальшим збільшенням кількості обертів у протилежному напрямку електроопір знову починає зростати з більшою інтенсивністю, тому що знову починається процес накопичення крапкових дефектів [6].

У результаті аналізу еволюції мікроструктури міді після комбінованої деформації за вищевказаною

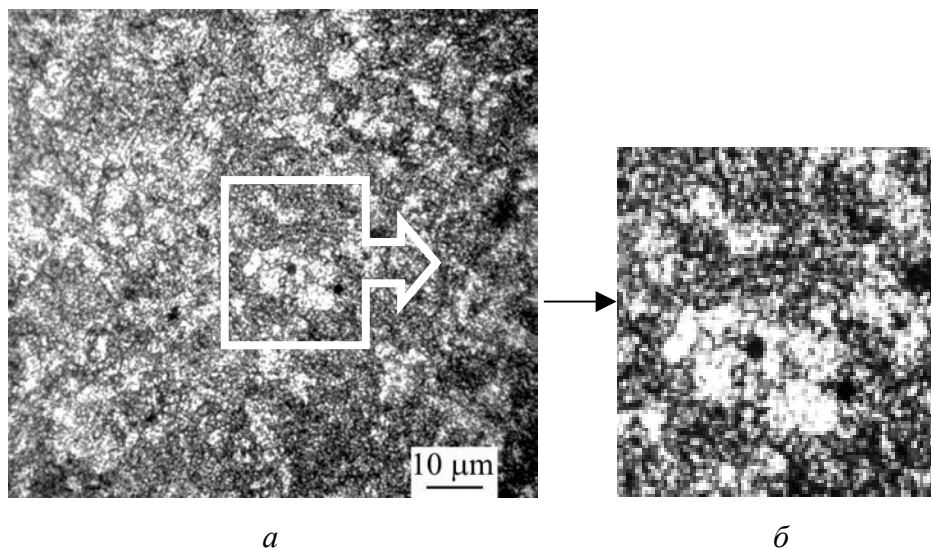


Рис. 4. Дрібні рекристалізовані зерна міді після комбінованої деформації розтяганням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний при кімнатній температурі (а), б – виділена ділянка

структурування в міді М1 під час крутіння з розтяганням проходить під впливом двох конкуруючих процесів фрагментації та рекристалізації. Тобто розвиток цих процесів має циклічний характер змін і повинен зумовлювати неоднозначне змінення характеристик міцності міді з поступовим зростанням ступеня деформації (рис. 5).

У експерименті зафіксовано зниження значень мікротвердості під час деформації зі ступенем, який дорівнює 81, 108 та 269%. У [20] показано, що зміна щільності на долі відсотка може бути пов'язаною зі зростанням щільності дислокацій, а вклад вакансій не може перевищити значення 10–4. Тому можна припустити, що більш значні зміни щільності можуть бути пов'язаними з утворенням мікропор (рис. 5), і тоді це має проявитись у зменшенні щільності. Однак вимірювання щільності довело, що зменшення значень мікротвердості після деформації зі ступенем, який дорівнює 108%, дійсно може бути пов'язаним з утворенням мікропор (рис. 6). У роботі [18] показано, що при ХПД може проходити як формування пор у тому місці, де сходяться висококутові границі, так і формування пор при об'єднанні трьох вакансій. Але уточнення природи формування мікропор знаходиться за межами цієї статті.

Про зразки, які деформовані зі ступенем $\varepsilon = 81\%$ та $\varepsilon = 269\%$, не можна сказати, що в них проходить формування пор, на одміну від ситуації для зразків з $\varepsilon = 108\%$. Вимірювання щільності показало, що для $\varepsilon = 81\%$ та $\varepsilon = 269\%$ характерне відносне зростання щільності складає долі відсотка, і тому такий ріст щільності може бути пов'язаний зі зміною кількості дислокацій внаслідок протікання релаксаційних процесів.

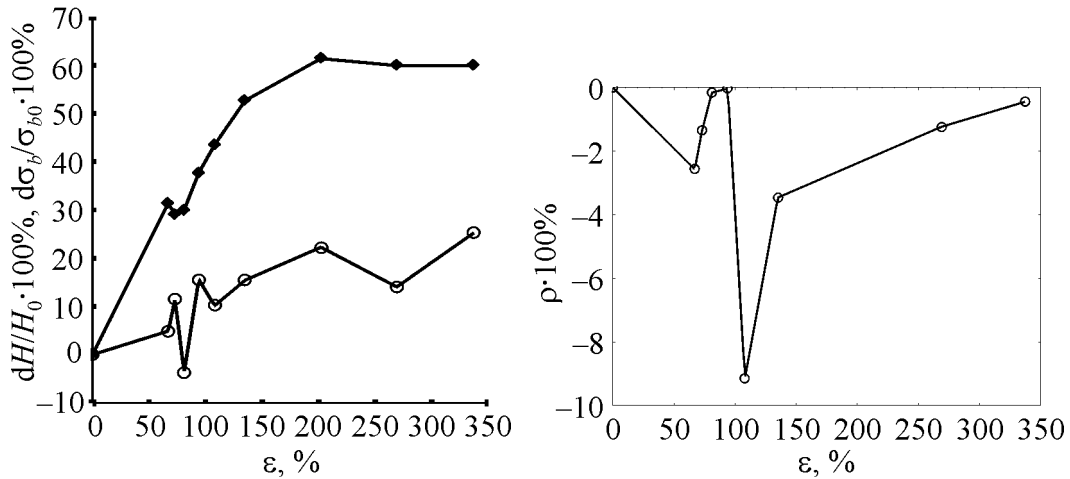


Рис. 5. Залежність характеристик міцності міді від ступеня деформації розтягненням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний: ○ – dH/H_0 , ◆ – $d\sigma_b/\sigma_{b0}$

Рис. 6. Змінення відносної щільності ρ міді зі збільшенням ступеня деформації розтягненням із крутінням зі зміною напрямку обертання на протилежний

Дослідження показали, що падіння значень мікротвердості міді після деформації зі ступенем, який дорівнює 81%, пов'язане з протіканням в її обсязі процесів повернення, що підтверджується зниженням значень електроопору (див. рис. 2). У зразках з великим (269%) ступенем деформації падіння мікротвердості пов'язане з зовсім іншим процесом – ростом зерен у наслідок проходження рекристалізації.

Заключення

Таким чином, у ході проведення досліджень встановлено зв'язок процесів масопереносу й еволюції дислокаційної структури з рівнем фізико-механічних властивостей міді М1 з ростом ступеня деформації. Визначено, що структура й властивості міді марки М1 в умовах ХПД формуються під впливом однакових чинників: великої енергії, що передається системі, та перетворень дефектів кристалічної будови, а сама зміна буде відбуватись за схемою: фрагментована структура → фрагментовано-рекристалізована структура → повністю рекристалізована структура → фрагментована структура. Показано, що, вивчаючи зміни структури, треба враховувати, що крім фрагментації, полігонізації та рекристалізації на черговому етапі також формуються мікропори, але вивчення природи таких пор потребує подальших досліджень.

1. П.В. Бриджмен, Исследование больших пластических деформаций и разрыва, Изд-во иностр. лит., Москва (1955).
2. В.Н. Варюхин, Е.Г. Пашиная, З.А. Самойленко, В.Г. Сынков, В.В. Пашинский, Я.Ю. Бейгельзимер, С.Г. Сынков, Металлы № 4, 79 (2001).

3. В.М. Фарбер, О.В. Селиванова, *Металлы* № 3, 45 (2003).
4. М.В. Дегтярев, Л.М. Воронова, Т.И. Чащухина, *Металлы* № 3, 53 (2003).
5. В.В. Столяров, Автореф. дис. ... д-ра техн. наук, Южно-Уральский государственный университет, Челябинск (2000).
6. Е.Г. Пашинская, В.Н. Варюхин, И.В. Лейрих, М.А. Антонова, И.И. Тищенко, В.М. Ткаченко, *ФТВД* **14**, № 4, 76 (2004).
7. В.И. Фарбер, *Металловедение и термическая обработка металлов* № 8, 3 (2003).
8. Ю.А. Скаков, *Металловедение и термическая обработка металлов* № 4, 3 (2004).
9. М.А. Штремель, *Металловедение и термическая обработка металлов* № 4, 12 (2004).
10. А. Хензель, Т. Шпиттель, Расчет энергосиловых параметров в процессе обработки металлов давлением: Справочник, *Металлургия*, Москва (1982).
11. В.С. Коваленко, *Металлографические реактивы: Справочник*, *Металлургия*, Москва (1981).
12. М.О. Кралюк, О.Г. Пашинська, М.М. Мишляев, И.И. Тищенко, *ФТВД* **20**, № 3, 120 (2010).
13. М.А. Кралюк, Исследование структурных превращений в меди в результате комбинированной пластической деформации // *Materialy Miedzynarodowej konferencji «Dynamika naukowych badan -2007»* Тум 9. Techniczne nauki. Matematika. Nowoczesne informacyjne technologie: Przemysl. Nauka i studia. 3 (2007).
14. С.Н. Каверина, Э.П. Печковский, Г.Ф. Саржан, С.А. Фирстов, *Металлофиз. новейшие технол.* **24**, 251 (2002).
15. М.И. Мазурский, Ф.У. Еникеев, *ФММ* **88**, № 5, 90 (1999).
16. Б.Г. Ливищ, В.С. Крапошин, Я.Л. Линецкий, *Физические свойства металлов и сплавов*, *Металлургия*, Москва (1980).
17. Г.И. Епифанов, *Физика твердого тела*, Высшая школа, Москва (1997).
18. Е.Г. Пашинская, *Физико-механические основы измельчения структуры при комбинированной пластической деформации*, Вебер, Донецк (2009).
19. Catherine Cordier-Robert, Benoit Forfert, Bernard Bolle, Jean-Jacques Fundenberger, Albert Tidu, *J. Mater. Sci. Full Set.* 10.1007/s10853-007-2272-8 (2007).
20. В.Ф. Гриднев, В.Г. Гаврилюк, Ю.А. Мешков, *Физическая природа пластической деформации. Сер. Металлофизика вып. 3*, 89 (1966).

М.А. Кралюк, Е.Г. Пашинская, Н.Н. Власенко, И.И. Тищенко

ФИЗИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕДИ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ХОЛОДНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

С помощью экспериментальных исследований определены физические процессы, под воздействием которых формируются структура и свойства меди М1 в условиях холодной интенсивной пластической деформации (ХИПД) растягиванием с кручением с изменением направления вращения на противоположный. Показана связь уровня физико-механических характеристик с эволюцией зеренной структуры и

процессами диффузионного массопереноса, внутризеренного скольжения, зерно-границного проскальзывания с ростом степени деформации.

Ключевые слова: структура, механические свойства, медь, интенсивная пластическая деформация, механизмы деформации

M.A. Kralyuk, E.G. Pashinska, N.N. Vlasenko, I.I. Tishchenko

PHYSICAL PROCESSES, INFLUENCING ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES FORMATION IN COPPER AT SEVERE PLASTIC DEFORMATION

Experimental tests established physical processes affecting the structure and properties of M1 copper at cold severe plastic deformation (CSPD) by strain and twisting with alternated direction of rotation. Connection of level of physical-mechanical properties with the evolution of grain structure and processes of diffusive mass transfer, intragranular sliding, grain boundary sliding with increase of degree of deformation is presented.

Keywords: structure, mechanical properties, copper, severe plastic deformation, mechanisms of deformation

Fig. 1. The M1 copper microstructure after combined deformation by strain and twisting with alternated rotation direction ($\varepsilon = 421\%$)

Fig. 2. Deformation dependence of relative resistance

Fig. 3. Off-orientation of particles of copper crystals after combined deformation by strain and twisting with alternated rotation direction ($\varepsilon = 146\%$)

Fig. 4. Small re-crystalized grains of copper after combined deformation by strain and twisting with alternated rotation direction at room temperature (*a*), \bar{b} – selected area

Fig. 5. Strength characteristics of copper related to the degree of deformation by strain and twisting with alternated rotation direction: \circ – dH/H_0 , \blacklozenge – $d\sigma_b/\sigma_{b0}$

Fig. 6. Relative density of copper vs degree of deformation by strain and twisting with alternated rotation direction