

Калориметрические исследования меди подвергнутой деформации кручением на наковальнях Бриджмена

Корзникова Е.А.

helenne@yandex.ru

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

Calorimetric investigation of pure Cu subjected to deformation on Bridgman anvils

E.A. Korznikova

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Проведено исследование чистой меди подвергнутой интенсивной пластической деформации кручением под давлением. Показано, что при достижении степени деформации, соответствующей одному обороту наковальни наблюдается достижение уровня насыщения на графиках зависимости напряжения сдвига, запасенной энергии и температуры калориметрического пика от степени деформации.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, дифференциальная калориметрия, чистый металл

The paper presents the results of investigation of pure copper subjected to high pressure torsion by means of annealing calorimetry. It is shown that after achieving the strain level corresponding to one rotation of the anvil the strain dependences of shear stress, stored energy, and calorimetric peak temperature reach a saturation value.

Keywords: severe plastic deformation, differential calorimetry, pure metal.

1. Введение

Одной из основных характеристик металлических материалов, определяющих физико-механические свойства является размер зерна [1,2]. Изменяя его посредством деформации можно значительно повысить механические и физические характеристики металлов и сплавов [1]. Интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) считается одним из наиболее эффективных методов формирования нано- и субмикроструктур, обладающих повышенной прочностью с сохранением достаточно высокого запаса пластичности [1,2].

Эволюция структуры в процессе ИПДК чистых металлов происходит в несколько стадий. Первая – формирование ячеистой структуры, вторая – образование фрагментированной структуры и третья стадия – формирования однородной СМК структуры с высокоугловыми границами [1,2]. При этом формирование структуры в процессе деформации происходит путем движения, накопления и взаимодействия дефектов решетки. После деформации накопленную концентрацию дефектов

можно оценить посредством анализа запасенной энергии, которая выделяется в процессе нагрева образцов в дифференциальном сканирующем калориметре [3]. Целью данной работы было исследование зависимости величины запасенной энергии и температуры отжига дефектов в Cu 99.99% от степени деформации и приложенного давления.

2. Материал и методики

Деформацию сдвигом проводили под гидростатическим давлением 2, 4 и 8 ГПа при комнатной температуре до степеней деформации $\gamma = 1-413$, где $\gamma = r\varphi/d$, r радиус образца, d – его толщина и φ угол поворота наковальни, рад [4]. Полученные образцы исследовали методом дифференциальной сканирующей калориметрии на приборе PERKIN-ELMER DSC 7. В процессе нагрева в калориметре отжиг дефектов деформационного происхождения вызывает появление экзотермических пиков на кривой нагрева. Температура пика зависит от степени деформации и чистоты материала. Фольги для

электронно-микроскопических наблюдений вырезали на расстоянии 2 мм от центра образца (середина радиуса), что, как известно, соответствует средней степени деформации по всему образцу после ИПДК [4]. Фольги исследовали в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000EX при ускоряющем напряжении 200 кВ.

3. Результаты и обсуждение

Деформирование образцов методом ИПД кручением.

График зависимости напряжения сдвига от сдвиговой деформации показан на рис. 1.

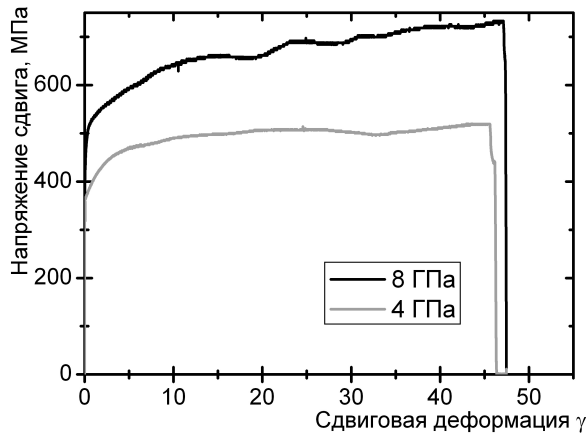


Рис. 1. Зависимость напряжения сдвига от степени сдвиговой деформации при кручении чистой меди под давлением 4 и 8 ГПа

Видно, что при степени деформации $\tau_{\text{shear}} \approx 10-15$, что примерно соответствует 0,5 обороту наковальни, величина напряжения сдвига выходит на насыщение.

Значение τ_{shear} при котором достигается насыщение также зависит от приложенного давления, при 8 ГПа напряжение примерно на 30% выше. Это может объясняться тем, что высокий уровень давления способствует началу процесса динамической рекристаллизации [5]

Изменение структуры в процессе ИПД.

На рис. 2,а видно, что структура после кручения на 0,1 оборота ($\gamma = 2,3$) неоднородная, состоит из фрагментов исходных зерен, разделенных широкими дислокационными стенками, наблюдается небольшое количество

контуров экстинкции, свидетельствующих о наличии внутренних напряжений, видны также скопления дислокаций. Такая структура характерна для начальной стадии процесса фрагментации. Фрагменты разделены широкими извилистыми четкими границами. Картина микродифракции с участка фольги площадью 0,5 мкм² содержит ряд размытых рефлексов. После кручения на 0,5 оборота (рис. 2,б) структура также фрагментированная, но размер свободного от дислокаций фрагмента меньше и фрагменты разделены широкими границами, в которых различимы отдельные дислокации. Распределение фрагментов по размеру неоднородное, на электронограмме видны отдельные рефлексы, расположенные по кольцу. На рис. 2,в представлена структура образца деформированного на 2 оборота ($\gamma = 48$). В отличие от выше рассмотренных, в данной структуре наблюдаются отдельные фрагменты разделенные узкими прямыми границами, которые могут быть результатом прохождения динамической рекристаллизации. Это подтверждается и кольцевым характером электронограммы.

Результаты калориметрических исследований.

На кривой зависимости теплового потока от температуры отжига меди после ИПД (рис. 3) выявляется один экзотермический пик, температура которого находится в интервале 130-210°C. С ростом степени деформации температура пика уменьшается, а площадь пика, характеризующая запасенную энергию деформации, увеличивается с 0,3 до 1,2 Дж/г. Наблюдаемый пик, по-видимому, обусловлен перестройкой и аннигиляцией линейных и точечных дефектов. Изменение температуры и площади пика с ростом степени деформации (рис. 4) связано с изменением уровня внутренних напряжений, который растет с увеличением плотности дислокаций. Можно отметить, что полученные значения запасенной энергии для меди в среднем в 2 раза меньше аналогичных значений для никеля [6]. Однако расчет плотности дислокаций, исходящий из предположения о том, что калориметрический пик вызван отжигом линейных дефектов, показывает что рассчитанные плотности дислокаций для меди и для никеля имеют довольно близкую величину. Гомологическая температура деформации при комнатной температуре для меди составляет $T = 0,22T_{\text{пл}}$, что соответствует гомологической температуре возвра-

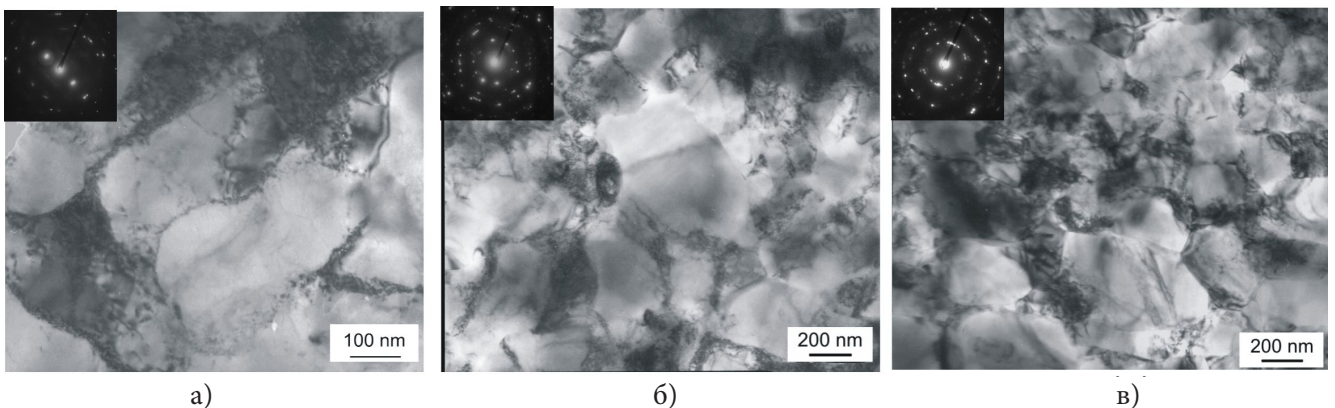


Рис. 2. Микроструктура меди после ИПД кручением под давлением 4 ГПа со степенью деформации $\gamma=2,3$ (а), $\gamma=11$ (б) и $\gamma=48$ (в)

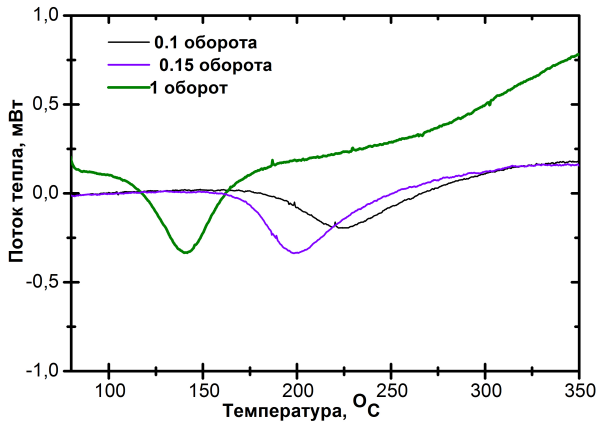


Рис. 3. Зависимость теплового потока от температуры нагрева в калориметре образцов Cu 99.99% после ИПД кручением под давлением 4 ГПа

та. Этот фактор может, во-первых, облегчать динамические процессы релаксации в процессе деформации, а, во-вторых, способствовать миграции и аннигиляции дефектов после разгрузки образца. Так, было установлено, что после выдержки образцов прокрученной меди в течение нескольких месяцев при комнатной температуре кривая ДСК меняется: пик смещается в сторону больших температур, а площадь его уменьшается. В работе [7] описан рост зерен в деформированной меди в процессе выдержки при комнатной температуре, что также говорит о возможности развитии процессов возврата и рекристаллизации в деформированной меди, чему способствует высокая концентрация точечных дефектов, присутствующих в материале при ИПД [6,8] и приводящая к повышению скорости диффузионных процессов. На рис. 4,б представлена зависимость запасенной энергии от степени деформации для трех различных уровней давления. Видно, что во всех случаях кривые имеют 2 стадии - интенсивного роста и насыщения. Можно также отметить, что при высоких давлениях 4 и 8 ГПа перегиб графика зависимости $E_{\text{зап}}$ от γ имеет место при степенях деформации $\gamma = 15-20$, в то время как для 2 ГПа величина γ , соответствующая на-

сыщению составляет $\gamma = 20-25$. Максимальная величина запасенной энергии $E_{\text{зап}} = 1,26$ Дж/г наблюдается при $\gamma \approx 413$. В работе [5] отмечено, что повышение давления при прочих равных условиях деформации всегда приводит к снижению параметра Зинера – Холломона $\ln Z$. А степень развития динамической рекристаллизации увеличивается по мере снижения $\ln Z$. Уменьшение давления, по мере увеличения $\ln Z$, вероятно может приводить к увеличению подвижности дислокаций и облегчению динамического возврата, развитие которого снижает движущую силу динамической рекристаллизации. Повышение давления, напротив, по-видимому, снижает подвижность дислокаций и способствует накоплению дефектов, что может объяснить высокий уровень запасенной энергии при давлении 8 ГПа. Стабилизация значения $E_{\text{зап}}$ при давлении 2 ГПа в интервале $\gamma \approx 23-48$, по-видимому, обусловлена динамическим возвратом. Зависимость температуры пика от степени деформации приведена на рис. 4,б. Наиболее интенсивное падение величины с 260 до 170°C для всех трех давлений происходит при $\gamma \approx 2-23$. С ростом степени деформации для 2 и 8 ГПа наблюдается некоторый рост температуры пиков (не более чем на 10%), что также может быть результатом прохождения динамических процессов релаксации структуры. В случае 4 ГПа перегиба на кривой зависимости $T_{\text{пика}}(\gamma)$ не наблюдается.

Калориметрические исследования меди после РКУП проводили в работе [8]. После 8 проходов ($\gamma \approx 8$) величина $E_{\text{зап}}$ достигала 0,95 Дж/г. Температуры пиков изменялись в интервале 220 до 170°C при нагреве со скоростью 10 К/мин, что также хорошо совпадает с данными этой работы.

4. Заключение

Обнаружена двухстадийная зависимость запасенной энергии и температуры калориметрического пика от степени деформации. На первой стадии, до $\gamma \approx 25$ происходит резкий рост запасенной энергии, обусловленный формированием ячеистой структуры. На второй стадии наблюдается некоторый рост запасенной энергии (око-

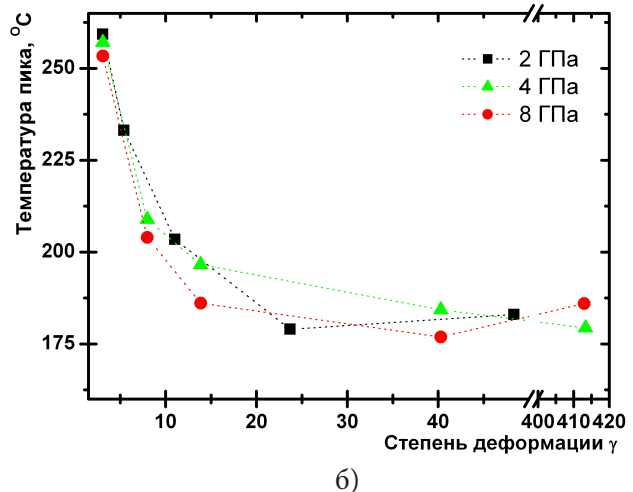
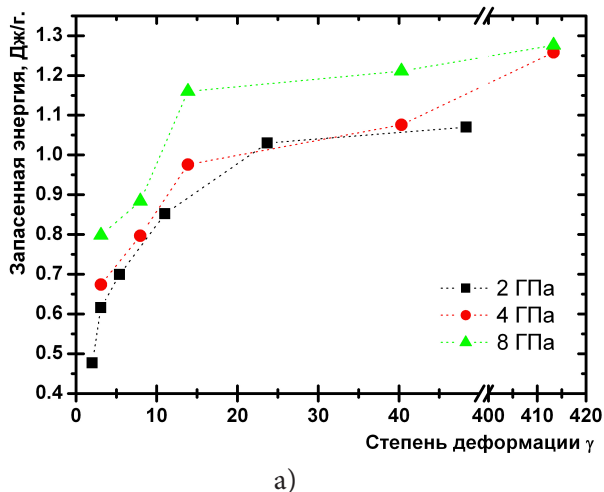


Рис. 4. Зависимость запасенной энергии(а) и температуры пика (б) от степени деформации в меди после ИПД кручением под давлением 2, 4 и 8 ГПа

ло 15 %) в интервале степеней деформации $\gamma \approx 25-413$, что соответствует трансформации ячеистой структуры в СМК. фоне высокой плотности дефектов имеет место их интенсивное взаимодействие формирование СМК структуры. При этом наблюдается тенденция смещения степени деформации, соответствующей насыщению по запасенной энергии в сторону больших степеней деформации при уменьшении уровня гидростатического давления. Термостабильность полученных структур практически не зависит от уровня приложенного давления, и снижается с увеличением степени деформации.

Литература

1. N.I. Noskova, R.R. Mulyukov. Submicrocrystalline and nanocrystalline metals and alloys. Urals Branch of the Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg (2003) 279 p, (in Russian).
2. A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Prog. Mater. Sci. **53**, 893 (2008).
3. M. Bewer, L.D. Holt, L. Titchener. Prog. Mater. Sci. **17**, 1 (1973).
4. M. Zehetbauer, H.P. Stüwe, A. Vorhauer, E. Schafner, J. Kohout. Proceedings of 2nd International Conference. Vienna: J.Wiley VCH Weinheim (2004) p. 435.
5. L.M. Voronova, T.I. Chaschukhina, M.V. Degtyarev. Deformation and Fracture of Materials **7**, 20 (2008), (in Russian).
6. E. Korznikova, M. Tsekhetbauer. Materialovedenie. **6**, 39 (2008), (in Russian).
7. T.N. Kon'kova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov. Letters on Materials **1**(3), 162 (2011), (in Russian).
8. W.Q. Cao, C.F. Gu, E.V. Pereloma, C.H.J. Davies. Mater. Sci. Eng. A **492**, 74 (2008).