

## Влияние ультразвуковой обработки на структуру и механические свойства ультрамелкозернистого никеля, полученного равноканальным угловым прессованием

Самигуллина А.А.<sup>1,†</sup>, Царенко Ю.В.<sup>2</sup>, Рубаник В.В.<sup>2</sup>, Попов В.А.<sup>1</sup>, Даниленко В.Н.<sup>1</sup>, Мулюков Р.Р.<sup>1</sup>

<sup>†</sup> asiya\_nazarova@mail.ru

<sup>1</sup>Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

<sup>2</sup>Институт технической акустики НАН Беларуси, пр. Людникова 13, 210023 Витебск

## Effect of ultrasonic treatment on structure and mechanical properties of ultrafine grained nickel processed by equal-channel angular pressing

A.A. Samigullina<sup>1</sup>, Yu.V. Tsarenko<sup>2</sup>, V.V. Rubanik<sup>2</sup>, V.A. Popov<sup>1</sup>, V.N. Danilenko<sup>1</sup>, R.R. Mulyukov<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

<sup>2</sup>Institute of Technical Acoustics NAS of Belarus, lyudnikova pr. 13, 210023 Vitebsk

Исследуется влияние ультразвуковой обработки с различной амплитудой на микроструктуру и механические свойства ультрамелкозернистого никеля, полученного равноканальным угловым прессованием. Показано, что ультразвуковая обработка с наименьшей амплитудой оказывает наибольшее релаксирующее воздействие, а при повышении амплитуды ультразвука наблюдается обратный эффект.

**Ключевые слова:** ультразвуковая обработка, ультрамелкозернистые материалы, равноканальное угловое прессование, механические свойства.

The effect of ultrasonic treatment on microstructure and mechanical properties of ultrafine grained nickel processed by equal-channel angular pressing is investigated. It is shown that the ultrasonic treatment with the smallest amplitude exerted the strongest relaxation effect. With increase in the amplitude the opposite effect is observed.

**Key words:** ultrasonic treatment, ultrafine grained material, equal-channel angular pressing, mechanical properties.

### 1. Введение

Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) широко применяются для получения в материалах ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры [1-5]. Такие материалы обладают рядом уникальных свойств, таких, как высокая прочность, твердость, износостойкость, но их структура является сильно неравновесной из-за высоких внутренних напряжений, источниками которых являются неравновесные границы зерен [6]. Поэтому материалы, подвергнутые ИПД, обычно обладают низкой пластичностью. Повысить пластичность можно путем отжига, но это не всегда может обеспечить желаемое улучшение свойств, так как наряду с повышением пластичности происходит также рост зерна [7,8] и уменьшение прочностных свойств. Одним из путей решения данной проблемы является поиск альтернативных спо-

собов воздействия на материал с целью уравновесить его структуру, при этом значительно не снизив эффект упрочнения, вызванный пластической деформацией. Перспективным методом в этом отношении является ультразвуковая обработка (УЗО).

Ультразвук активно воздействует на микроструктуру поликристалла, взаимодействуя с дефектами кристаллической решетки. В работах, посвященных компьютерному моделированию воздействия ультразвуковых колебаний на дефектную структуру металлов, показано, что ультразвук способствует увеличению подвижности различных дислокационных кластеров [9], самоорганизации дислокационных ансамблей [10], поперечному скольжению [11], увеличению плотности вакансий [12] и т.д. В результате изменяются и макросвойства материала, что подтверждает ряд экспериментальных данных

[13-17]. Важным экспериментальным результатом является увеличение термической стабильности УМЗ никеля, подвергнутого ИПД кручением, под действием УЗО [18]. В данной работе было показано, что УЗО способствовала значительному снятию внутренних напряжений в структуре деформированного металла. Исследование было проведено для плоских образцов, имеющих диаметр не более 1 см, что не позволило провести их механические испытания.

Целью данной работы является исследование влияния УЗО на микроструктуру и механические свойства объемных образцов никеля, полученных с помощью равноканального углового прессования (РКУП).

## 2. Материалы и методика проведения эксперимента

В работе исследовался никель технической чистоты марки НП-2, имеющий следующий химический состав: в вес. %: 99.5 Ni, 0.1 Fe, 0.15 Si, 0.1 Mg, 0.05 Mn, 0.1 Cu, 0.002 Pb. Образцы в форме цилиндра были подвергнуты РКУП по маршруту Вс, 12 проходов при температуре 350°C. Часть образцов была подвергнута УЗО по следующей схеме: цилиндрический образец полуволновой длины плотно прикручивался с помощью резьбы к концентратору и благодаря использованию смазки представлял собой часть волноводной системы так, что в образце возбуждалась стоячая волна, при прохождении которой максимум (пучность) сдвигающих напряжений оказывался посередине образца. Частота возбуждаемых колебаний составляла 22 кГц, амплитуда напряжений в середине образца достигала 20, 30 и 40 МПа.

Микроструктура всех полученных образцов исследовалась в поперечном и продольном направлениях на просвечивающем электронном микроскопе JEM2000EX. Фольги для электронно-микроскопических исследований вырезали из центральной части образцов и готовили стандартными методами на приборе для струйной полировки.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) исследуемых образцов проводился на рентгеновском дифрактометре ДРОН 4-07. Использовали CuK $\alpha$  излучение с фокусиров-

кой по Брегу – Брентано со щелями Соллера на первичном пучке и графитовым кристалл - монохроматором на дифрагированном пучке. Обработку экспериментальных данных проводили с использованием программного пакета "Maud" (Materials Analysis Using Diffraction). Алгоритм программы использует метод Ритфелда, называемый в русскоязычной литературе порошковым полнопрофильным методом [19]. Обратные полюсные фигуры строились с использованием методов Вильсона и Морриса.

Испытания на растяжения проводили при комнатной температуре со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  на плоских образцах с рабочей частью  $2.0 \times 4.0 \times 18 \text{ мм}$  на испытательной машине Instron. Для каждого исследуемого состояния испытания проводились не менее чем на трех образцах.

## 3. Результаты эксперимента

Микроструктура никеля в поперечном сечении, полученного РКУП и подвергнутого УЗО с различными амплитудами, показана на рис.1. Видно, что структура после РКУП является неравновесной: границы видимых зерен искривлены и имеют плохо определяемые границы, внутренние объемы зерен имеют большое количество видимых дефектов и субграниц (рис. 1а). Исследование микроструктуры после УЗО с амплитудами 20 и 30 МПа показывает, что в этих двух случаях наблюдается меньшая плотность дефектов внутри зерен, а границы зерен становятся более ровными и четкими (рис. 1б, в), то есть структура становится более равновесной. После УЗО с амплитудой 40 МПа микроструктура практически не отличается от исходной деформированной структуры (рис. 1г), то есть данная обработка релаксации структуры не способствует. УЗО не повлияла на размер зерен: во всех четырех состояниях их средний размер был около 400-450 нм.

Рентгеноструктурный анализ и построение обратных полюсных фигур (рис. 2) показывает, что текстура в образцах после РКУП и РКУП с последующей УЗО с амплитудами 30 и 40 МПа имеет ориентировку  $\langle 110 \rangle$ . В образце после УЗО с амплитудой 20 МПа текстура

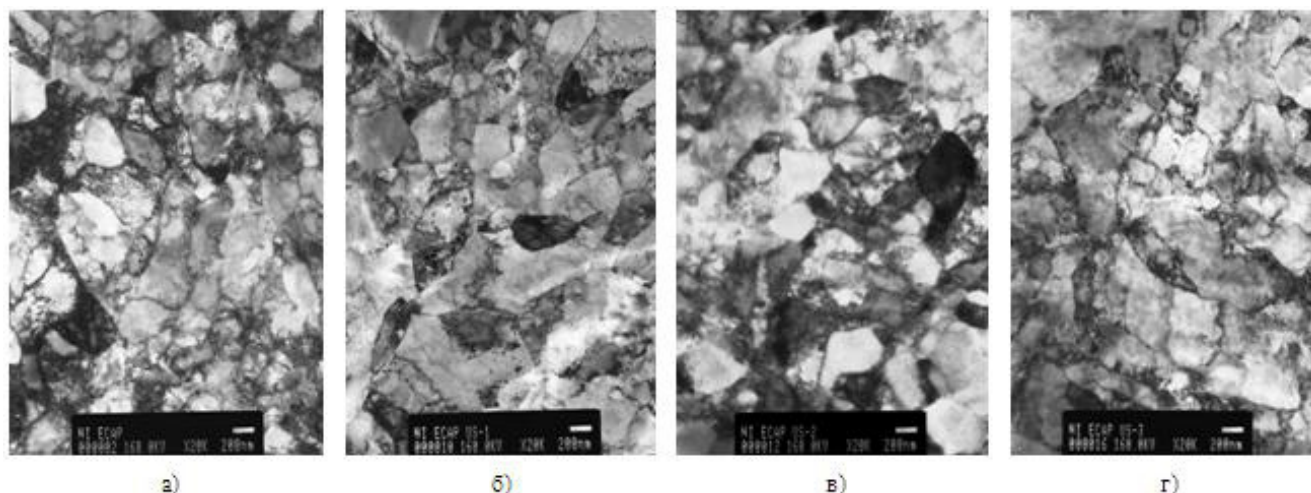


Рис. 1. Микроструктура никеля в поперечном сечении после РКУП (а) и УЗО с амплитудами напряжения в середине образца 20 (б), 30 (в) и 40 МПа (г).

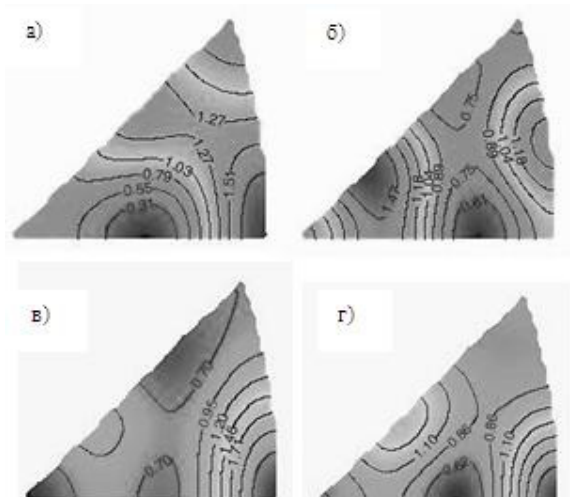


Рис. 2. Обратные полюсные фигуры для никеля в состояниях после РКУП, РКУП и УЗО с амплитудами 20, 30 и 40 МПа.

меняется и имеет двойную ориентировку  $\langle 311 \rangle + \langle 331 \rangle$  примерно в одинаковых долях, то есть данная обработка способствует наибольшим изменениям в структуре никеля. В таблице 1 видно, что УЗО способствует снижению внутренних напряжений, причем наибольший релаксирующий эффект оказывает ультразвук с амплитудой сдвигающих напряжений 20 МПа, что согласуется с микроструктурными и текстурными исследованиями.

Результаты механических испытаний представлены в таблице 1 и на рис. 3. Видно, что при амплитуде 20 МПа наблюдается повышение пластичности на 2,5%, при этом предел прочности и условный предел текучести также немного возрастают. При амплитуде УЗО 30 МПа пластичность повышается на 1,5%. При амплитуде 40 МПа, напротив, наблюдается снижение пластичности и небольшое упрочнение по сравнению с исходным деформированным состоянием.

### Обсуждение результатов

Результаты проведенного эксперимента показывают, что УЗО является эффективным способом воздействия на структуру деформированного материала с целью улучшения его свойств. Прослеживается зависимость эффекта, вызываемого ультразвуком, от амплитуды сдвигающих напряжений. По полученным в работе результатам видно, что наибольший эффект релаксации достигается при наименьшей амплитуде воздействия 20 МПа. В этом случае наблюдается заметное снижение внутренних напряжений и плотности дефектов, а также достигается наибольшее увеличение пластичности. При этом предел прочности не снижается, а, напротив, даже немного возрастает. Релаксирующее воздействие, по-видимому связано с тем, что низкой амплитуды сдвигающих напряжений недостаточно для зарождения и размножения новых дислокаций, но достаточно для того, чтобы сдвинуть с мест имеющиеся в структуре дислокации, а также создать возможность поперечного скольжения по механизму, изложенному в [11]. Такие подвижные дислокации способны выстраиваться в равновесные конфигурации [20], а также аннигилировать, что вызывает наблюдаемое снижение плотности дефек-

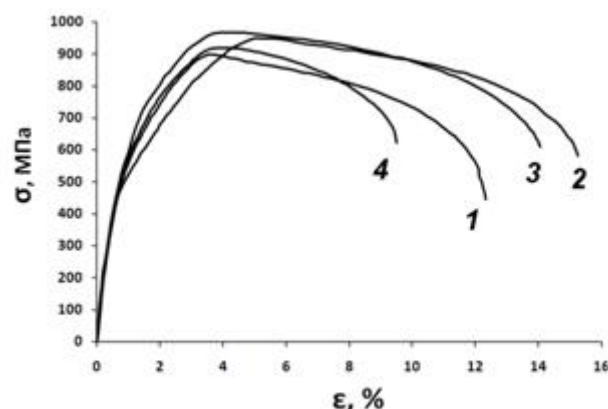


Рис. 3. Кривые растяжения никеля после РКУП (1), РКУП и УЗО с амплитудами 20 (2), 30 (3) и 40 МПа (4).

Таблица 1.

Данные рентгеноструктурного анализа и результаты механических испытаний никеля для состояний после РКУП и УЗО с амплитудами 20, 30 и 40 МПа.

Состояние	Микродеформация $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %
РКУП	$11 \cdot 10^{-4}$	505	910	12
РКУП+УЗО 20 МПа	$9,29 \cdot 10^{-4}$	500	950	14,5
РКУП+УЗО 30 МПа	$9,88 \cdot 10^{-4}$	530	964	13,5
РКУП+УЗО 40 МПа	$9,80 \cdot 10^{-4}$	540	940	8,7

тов. Важным результатом является то, что размер зерен после УЗО не меняется.

УЗО с амплитудой сдвигающих напряжений 30 МПа также способствует релаксации структуры, но в меньшей степени, чем предыдущая обработка. Это связано с тем, что с повышением внешнего периодического напряжения наряду с упорядочением структуры в ней будет возникать и обратный эффект: при некотором критическом напряжении начинают работать источники Франка-Рида и, так как структура изначально является неравновесной, то это критическое напряжение будет немного ниже динамического предела текучести материала. Этот процесс начинает преобладать над эффектом упорядочивания при обработке ультразвуком с амплитудой напряжений 40 МПа. В этом случае как результат повышения плотности дислокаций мы наблюдаем значительное снижение пластичности никеля (таблица 1).

### Заключение

Показана эффективность УЗО как способа релаксации структуры при низких амплитудах и ее наклепа при высоких амплитудах сдвигающего напряжения. Результаты работы дополняют исследования, проведенные для плоских образцов [18], а также показывают необходимость дальнейшего изучения эффекта релаксации при

меньших значениях амплитуды, чем были использованы в данной работе.

Работа была поддержана грантом РФФИ 10-08-90012-Бел\_а и Программой ОЭММПУ № 17.

### Литература

1. R.R. Mulyukov. Rossiyskiye nanotekhnologii. **2** (7-8), 38 (2007) (in Russian) [P.P. Мулюков. Российские нанотехнологии, **2** (7-8), 38 (2007)].
2. A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, B.-K. Kim, M.D. Baro, J.A. Szpunar, T.G. Langdon. Acta Mater. **51**, 753 (2003).
3. A.A. Nazarov, R.R. Mulyukov. Nanostructured Materials. In: Handbook of Nanoscience, Engineering, and Technology, ed. by Goddard W., Brenner D., Lyshevski S., Iafate G., CRC Press (2003) Chapter 22, P. 1.
4. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. Progr. Mater. Sci. **45**, 103 (2000).
5. A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Progr. Mater. Sci. **53**, 893 (2008).
6. R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov. Bulk nanostructured metallic materials. Moscow, Akademkniga (2007) 398 p. (in Russian).
7. A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, M.D. Baro, R.Z. Valiev, T.G. Langdon. Metall. Mater. Trans. A. **33** (6), 1865 (2002).
8. Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu. Acta Mater. **52** (15), 4589 (2004).
9. S.V. Dmitriev, A.I. Pshenichnyuk, A.M. Iskandarov, A.A. Nazarova. Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. **18** (025012), 10 (2010).
10. G.V. Bushueva, G.M. Zinenkova, N.A. Tyapunina, V.T. Degtyarev, A.Yu. Losev, F.A. Plotnikov. Crystallography Reports. **53**, 474 (2008).
11. N.A. Tyapunina, G.V. Bushueva, M.I. Silis, D.S. Podsoblyayev, Yu.B. Likhushin, V.Yu. Bogunenko. Phys. Solid State. **45**, 880 (2003).
12. A.A. Nazarova, S.V. Dmitriev, Yu.A. Baimova, R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov. The Physics of Metals and Metallography. **111** (5), 513 (2011).
13. N.I. Noskova, N.F. Vildanova, N.S. Dudorov, Yu.R. Yanus, V.A. Pavlov. Problemi prochnosti. **9** (1986) (in Russian) [Н.И. Носкова, Н.Ф. Вильданова, Н.С. Дудоров, Ю.Р. Янус, В.А. Павлов. Проблемы прочности. **9** (1986)].
14. A.V. Kulemin. Ultrasound and diffusion in metals. Moscow, Metallurgiya (1978) 200 p. (in Russian).
15. V.V. Klubivich, V.V. Rubanik, Yu.V. Tsarenko. Drawing and annealing of steel wire with the application of ultrasonic vibrations. In: Using of physical and physic-chemical methods in technological processes. Proceedings of MISiS. Moscow, Metallurgiya. (1991) p.98 (in Russian).
16. V.P. Severdenko, V.V. Klubovich, A.V. Stepanenko. Ultrasound and plasticity. Minsk, Nauka i tekhnika (1976) 448 p. (in Russian).
17. N.A. Tyapunina, E.K. Naimi, G.M. Zinenkova. Action of ultrasound on crystals with defects. Moscow, MGU (1999) 238 p. (in Russian).
18. A.A. Nazarova, R.R. Mulyukov, V.V. Rubanik, Yu.V. Tsarenko, A.A. Nazarov. The Physics of Metals and Metallography. **110** (6), 574 (2010).
19. Yu.I. Sigalovskaya, V.S. Urusov. Development of X-ray powder full-profile method of crystal structure specification. In: Methods of diffraction research of crystalline materials. Novosibirsk, Nauka. Sibirskoye otdeleniye (1989) p. 59 (in Russian).
20. A.A. Nazarov, Sh.Kh. Khannanov. Fizika i khimiya obrabotki materialov. **4**, 109 (1986) (in Russian).