# Влияние высокоскоростной деформации на микроструктуру и кристаллографическую текстуру Си в различных структурных состояниях

Дун Юечэн<sup>1,2†</sup>, Ситдиков В.Д.<sup>1</sup>, Александров И.В.<sup>1</sup>, Ванг Дж.Т.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ФГБОУ ВПО Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа, Россия <sup>2</sup>Нанкинский университет науки и технологий, г. Нанкин, Китай

<sup>†</sup>dongyuecheng@mail.ru

# The effect of high strain-rate deformation on the microstructure and crystallographic texture of Cu in different structure states

Yuecheng Dong<sup>1, 2†</sup>, V.D. Sitdikov<sup>1</sup>, I.V. Alexandrov<sup>1</sup>, J.T. Wang<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ufa State Aviation Technical University, Ufa, Russia <sup>2</sup>Nanjing University of Science and Technology, Nanjing, China

Проанализировано влияние высокоскоростной деформации (ВСД) на микроструктуру и кристаллографическую текстуру Си в отожженном крупнокристаллическом (КК) состоянии и ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии, сформированном в результате равноканального углового прессования (РКУП). Результаты микроструктурных и текстурных исследований указывают на то, что ВСД приводит к уменьшению размера зерен, увеличению упругих среднеквадратических микроискажений, росту плотности дислокаций и объемной доли двойников как в КК, так и в УМЗ состояниях.

Ключевые слова: высокоскоростная деформация, ультрамелкозернистая медь, кристаллографическая текстура

### 1. Введение

Последние годы характеризуются активным развитием методов интенсивной пластической деформации (ИПД) [1], в частности метода РКУП [2]. РКУП позволяет формировать объемные УМЗ состояния с преимущественно высокоугловыми границами зерен в различных металлических материалах. Таким структурам соответствуют привлекательные конструкционные и функциональные свойства при квазистатических испытаниях [1-3].

Известно, что увеличение скорости пластической деформации приводит к значительным изменениям в микроструктуре и кристаллографической текстуре КК металлических материалов [4, 5]. В то же время, влияние ВСД на микроструктуру и кристаллографическую текстуру УМЗ материалов исследовано недостаточно.

В настоящей статье представлены результаты сравнительных исследований влияния ВСД на микроструктуру и кристаллографическую текстуру Си в КК состоянии и УМЗ состоянии, полученном методом РКУП. The effect of high strain-rate deformation (HSRD) on microstructure and crystallographic texture of Cu in an annealed coarse-grained (CG) state and ultrafine-grained (UFG) state, developed in the result of equal-channel angular pressing (ECAP) has been analyzed here. The results of the investigation of the microstructure and texture point out that HSRD leads to the decrease of the grain size, the increase of the elastic root-mean-square distortions, the increase of the dislocation densities and the volume fraction of the twins both in CG and in UFG states.

Key words: high strain rate deformation, ultrafine-grained copper, crystallographic texture

## 2. Материал и методика эксперимента

В качестве материала для исследований была выбрана холоднокатаная электротехническая Cu (вес. 99,98%), отожженная в вакууме при температуре 600 °C в течение 60 минут для формирования КК состояния.

РКУП осуществляли при комнатной температуре в оснастке с внутренним углом пересечения каналов  $\varphi$  =90° и внешним углом пересечения каналов  $\Psi$ =20°. При этом осуществляли 8 проходов РКУП по маршруту В<sub>с</sub>, что достаточно для формирования УМЗ состояния [6]. Деформируемые заготовки имели форму прямоугольного параллелепипеда с размерами 12 мм × 12 мм × 100 мм.

ВСД проводили методом разрезного стержня Гопкинсона при комнатной температуре со скоростью деформации, равной 1,5×10<sup>3</sup> с<sup>-1</sup>. Для динамических испытаний использовали цилиндрические образцы с диаметром основания 10 мм и высотой 10 мм. Ось цилиндрических образцов совпадала с продольной осью КК заготовок и заготовок, подвергнутых РКУП. Степень деформации



Рис. 1. ОМ (а) и ПЭМ (б, в, г) изображения микроструктуры Си в КК (а), КК+ВСД (б), УМЗ (в), УМЗ+ВСД (г) состояниях.

сжатием при ВСД в случае КК состояния примерно равнялась 30%, а в случае УМЗ состояния - 20%.

Микроструктура КК и УМЗ заготовок, как до, так и после ВСД, изучалась методами оптической микроскопии (OM) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводился с помощью дифрактометра Rigaku Ultima IV. При этом использовалось Си К<sub>α1</sub> излучение (λ=1,54060 нм) при напряжении 45 кВ и токе 30 мА. Прецизионные съёмки выделенных рентгеновских пиков осуществлялись с шагом 0,01° и временем счета, равным 10 с. Количественная оценка размера областей когерентного рассеяния (ОКР) D, величины упругих микроискажений кристаллической решетки <є<sup>2</sup>><sup>1/2</sup> проводились с использованием программного пакета PDXL (www.rigaku.com), а плотность дислокаций р рассчитывалась согласно методике [7]. Расчет плотности двойников β проводился с использованием подхода, разработанного в работах [8].

Съемка полюсных фигур (ПФ) проводилась на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М, оборудованном автоматической текстурной приставкой. При этом использовалось Мо К<sub>а1</sub> излучение с длиной волны  $\lambda$ =0,07071 нм. Облучению подвергались области, расположенные вблизи геометрического центра продольного сечения заготовок. Для построения и анализа ПФ, основываясь на данных, полученных при съемке неполных прямых ПФ (радиальный угол  $\alpha_{_{MARC}} = 75^{\circ}$ ) для плоскостей (111), (101), (200), использовался пакет компьютерных программ LaboTEX (www.labosoft.com.pl/).

### 3. Результаты и их обсуждение

Результаты ОМ исследования микроструктуры КК состояния представлены на рис. 1 а. Микроструктура КК состояния характеризуется четкими и прямолинейными границами зерен. Средний размер зерен в КК состоянии равен 90 мкм. Кроме того, на ОМ изображении микроструктуры можно увидеть двойники отжига (рис. 1 а).

ПЭМ изображение микроструктуры КК состояния, подвергнутого ВСД, (КК+ВСД состояния) представлено на рис. 1 б. В результате ВСД зерна КК состояния были раздроблены на фрагменты. Микроструктура КК+ВСД состояния характеризуется наличием субзерен со средним размером около 600 нм.

ПЭМ изображение микроструктуры УМЗ состояния представлено на рис. 1 в. Видно, что в результате РКУП в

микроструктуре УМЗ состояния сформированы равноосные зерна со средним размером около 350 нм. В то же время, в некоторых местах в микроструктуре были обнаружены рекристаллизованные зерна (метка R на рис. 1в) со средним размером 360 нм, свободные от дислокаций и обладающие чёткими прямолинейными границами. О появлении рекристаллизованных зерен в ходе формирования УМЗ состояния в результате 8 проходов РКУП также отмечается в работе Хуан и др. [9].

На рис. 1 г представлено ПЭМ изображение микроструктуры УМЗ состояния, подвергнутого ВСД, (УМЗ+ВСД состояния), свидетельствующее о формировании вытянутых зерен со средним размером около 300 нм (рис. 1).

В таблице 1 представлены результаты РСА исследуемых состояний. В КК состоянии размер ОКР *D* составил 82 нм. В результате РКУП данный размер уменьшается почти в 2 раза. В ВСД КК состоянии размер ОКР примерно в 1,4 раза меньше чем в КК состоянии, и равен 59 нм. ВСД УМЗ состояния не привела к заметному изменению размера ОКР. РКУП привела к росту упругих микроискажений кристаллической решетки  $<\epsilon^2 > ^{1/2}$  примерно в 4,75 раза. Уровень упругих микроискажений в результате ВСД КК состояния вырос примерно в 2,5 раза. ВСД УМЗ состояния практически не изменила уровень упругих микроискажений кристаллической решетки.

Плотность дислокаций р в результате РКУП возросла более чем в 15 раз. ВСД КК состояния привела к росту плотности дислокаций более чем в 5 раз, а ВСД УМЗ состояния на плотность дислокаций повлияла довольно слабо. РКУП привело к появлению двойникования деформации. ВСД способствовало увеличению объемной доли деформационных двойников (ДД) с 0% (КК состояние) до 0,37% (КК+ВСД состояние) и с 0,81% (УМЗ состояние) до 1,10 % (УМЗ+ВСД состояние). На самом деле,

Таблица 1.

Параметры микроструктуры, оцененные методом РСА.				
Состояние	D, нм	$<\epsilon^{2}>^{1/2},\times$ 10 <sup>-4</sup>	ρ, 10 <sup>14</sup> м <sup>-2</sup>	β, %
КК	82±7	4,1 ±0,74	0,33 ±0,02	0
КК+ВСД	59 ±5	9,0 ±1,27	1,76 ±0,09	0,37±0,12
УМЗ	46 ±3	19,5 ±2,06	4,97 ±0,14	0,81±0,09
УМЗ+ВСД	43 ±3	20,7 ±2,11	5,65 ±0,18	1,1±0,12



**Рис. 2.** Экспериментальные прямые ПФ (111) Си в состояниях: КК (а), УМЗ (б), КК+ВСД (в), УМЗ+ВСД (г) и идеальные ориентировки, соответствующие текстурам, сформировавшимся в результате деформационного двойникования и рекристаллизации в Си [11] (д).

методика [8] расчета плотности двойников дает лишь качественную оценку их плотности, поскольку известно, что на асимметрию пиков при РСА могут повлиять некоторые другие дефекты в дополнение к двойникам [13].

На рис. 2 а представлены ПФ (111) Си в КК состоянии. Вид ПФ свидетельствует о наличии интенсивных максимумов, по-видимому, относящихся к текстуре отжига. На ПФ (111) УМЗ состояния (рис. 2 б) видны максимумы, характерные для текстуры простого сдвига, а также два максимума, происхождение которых может быть связано с особенностями проведенного РКУП и которые ранее не наблюдались. При анализе ПФ был произведен поворот сетки Закса вокруг оси 3 на угол 45° против часовой стрелки для обеспечения совпадения осей 1 и 2 с характерными направлениями вдоль и поперек направления простого сдвига (рис. 2 б). В результате произошло наложение максимумов на фибры {111} <sub>а</sub> и <110><sub>а</sub> [10]. Проведенный анализ показал, что шесть максимумов, симметрично расположенных на периферии ПФ, и два максимума, расположенных на вертикальной оси ПФ, относятся к максимумам, характерным для текстуры простого сдвига.

Кристаллографическую текстуру простого сдвига можно описать с помощью идеальных ориентировок  $A_1^*$ ,  $A_2^*$ , A,  $\overline{A}$ ,  $\overline{B}$ ,  $\overline{B}$  и C с индексами {111}<110>. В то же

время на ПФ наблюдали 2 максимума, расположенных на горизонтальной оси ПФ. Учитывая координаты этих максимумов на ПФ, а также координаты двух максимумов, расположенных на вертикальной оси ПФ, можно предположить, что эти максимумы относятся к кубической текстуре рекристаллизации, характеризующейся идеальными ориентировками {100}<001> (рис. 2 б, д) [10, 11]. Кроме того, можно идентифицировать ориентировку {111}<112>, которая обычно появляется в Си при двойниковании [12]. В результате ВСД КК состояния произошло некоторое усиление текстурных максимумов, характерных для КК состояния (рис. 2 в). С другой стороны, наиболее интересной представляется ситуация с кристаллографической текстурой УМЗ+ВСД состояния. В целом, вид ПФ (111) (рис. 2 г) носит черты текстуры УМЗ состояния. Поэтому данную текстуру можно охарактеризовать с помощью набора идеальных ориентировок  $A_1^*$ ,  $A_2^*$ , A,  $\overline{A}$ 

#### , *B*, *B* и *C*. Кроме того, на ПФ (111) (рис. 2 г) можно иден-

тифицировать «кубическую» ориентировку, что свидетельствует о протекании процесса динамической рекристаллизации. Однако, самое главное отличие между ПФ состоит в том, что в центре ПФ (111) (рис. 2 г) появляется ярко выраженный максимум, соответствующий ориентировке {111}<112>. В связи с этим, можно сделать вывод о том, что при ВСД в УМЗ Си активизируются процессы двойникования, которые должны способствовать формированию высокопрочного состояния (рис. 2 г).

#### 4. Заключение

1. ВСД Си в КК состоянии приводит к измельчению микроструктуры. При этом средний размер субзерен уменьшается с 90 мкм до 600 нм, упругие микроискажения вырастают с  $4,1\times10^{-4}$  до  $9,0\times10^{-4}$ , происходит рост плотности дислокаций с  $0,33\times10^{14}$  м<sup>-2</sup> до  $1,76\times10^{14}$  м<sup>-2</sup> и объемной доли ДД с 0% до 0,37%.

2. ВСД УМЗ Си приводит к уменьшению размера зерен с 350 нм до 300 нм, увеличению упругих микроискажений с 19,5×10<sup>-4</sup> до 20,7×10<sup>-4</sup>, росту плотности дислокаций с 4,97×10<sup>14</sup> до 5,65×10<sup>14</sup> м<sup>-2</sup> и объемной доли ДД с 0,81% до 1,10%. Проведенный текстурный анализ также указывает на активизацию процессов деформационного двойникования при ВСД УМЗ состоянии, о чем свидетельствует появление на ПФ (111) ориентировок {111}<112>.

Авторы выражают благодарность за финансовую поддержку проекту РФФИ № 12-02-31025 мол\_а.

### Литература

- 1. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, Prog. Mater. Sci., 2000, V. 45, P. 103-189.
- 2. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, Prog. Mater. Sci., 2006, V. 51, P. 881–981.
- Dalla Torre F., Lapovok R., Sandlin J., Thomson P.F., Davies C.H.J., Pereloma E.V. Microstructure and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for one to sixteen passes, Acta Mater., 2004, V. 52, P. 4819-4832.
- Meyers M.A. Dynamic Behavior of Materials. John Wiley & Sons, New York, 1994, P. 393.
- Bhattacharyya A., Rittel D., Ravichandran G. Effect of strain rate on deformation texture in OFHC copper, Scripta Mater., 2005, V. 52, P. 657-661.
- Furukawa M., Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. The shearing characteristics associated with equalchannel angular pressing, Mater. Sci. Eng., 1998, V. A.257,

P. 328-332.

- 7. Schafler E., Zehetbauer M., Ungar T. Measurement of screw and edge dislocation densities by means of X-ray Bragg profile analysis, Mater. Sci. Eng., 2001, V. A319–321, P. 220-223.
- Zhao Y.H., Horita Z., Langdon T.G., Zhu Y.T. Evolution of Defect Structures during Cold Rolling of Ultrafine-Grained Cu and Cu-Zn Alloys: Influence of Stacking Fault Energy, Mater. Sci. Eng., 2008, V. A 474, P. 342-347.
- 9. Huang W.H., Yu C.Y., Kao P.W., Chang C.P. The effect of strain path and temperature on the microstructure developed in copper processed by ECAE, Mater. Sci. Eng., 2004, V. A366, 221-228.
- Toth L.S., Jonas J.J., Daniel D., Bailey J.A. Texture development and length changes in copper bars subjected to free end torsion, Text. and Micr., 1992, V. 19, P. 245-262.
- 11. Kocks U.F., Tome C.N., Wenk H.R. Texture and anisotropy. UK, Cambridge University Press, 1998, P. 676.
- Hu H., Cline R.S., Goodman S.R. Recrystallization, Grain Growth, and Textures, ed. H. Margolin, Metals Park, 1966, P. 295.
- Ungar T. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening, Scripta Mater., 2004, V. 51, P. 777-781.