

05.1

Влияние интенсивной пластической деформации на механические свойства и субструктуру меди, содержащей наночастицы HfO_2

© В.И. Бетехтин, К.В. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, С.А. Пульнев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
E-mail: Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 13 января 2005 г.

Изучено влияние интенсивной пластической деформации при прокатке на температурную зависимость прочности меди, содержащей наночастицы HfO_2 . Термоактивационный анализ полученных данных показал, что введение частиц HfO_2 не привело к изменению энергии активации и, следовательно, механизма разрушения. Основное влияние частиц HfO_2 связано с повышением термостабильности субзерен и их разориентации, следствием чего является повышение термостабильности прочностных свойств. Отмечено существенное влияние прокатки на модуль упругости дисперсно-упрочненного композита.

Известно, что воздействие интенсивной пластической деформации на содержащие наночастицы окислов металлы ведет к повышению их механических свойств и, что особенно важно, к повышению термостабильности этих свойств. В настоящее время большое внимание уделяется изучению этих свойств при интенсивной пластической деформации, связанной с равноканальным угловым прессованием (РКУ) и сдвигом под давлением (например [1–4]); значительно меньше изучается влияние деформации прокаткой. Данная работа и посвящена изучению влияния деформации при прокатке на механические свойства меди, содержащей наночастицы HfO_2 .

Композиция Cu-HfO_2 готовилась из твердого раствора монокристаллов Cu-0.8 wt.\%Hf , выращенных по способу Степанова, в котором содержание Hf близко к его предельной растворимости при температуре плавления. Наночастицы окислов HfO_2 формирова-

лись при выдержке твердого раствора в кислородосодержащей среде методом внутреннего окисления [2,4]. Вариация времени выдержки при температуре около 1000°C позволяла получать глубину слоя, содержащего частицы HfO_2 , до 5 мкм. Электронно-микроскопические исследования показали, что размеры окислов HfO_2 лежат в пределах 10–50 нм.

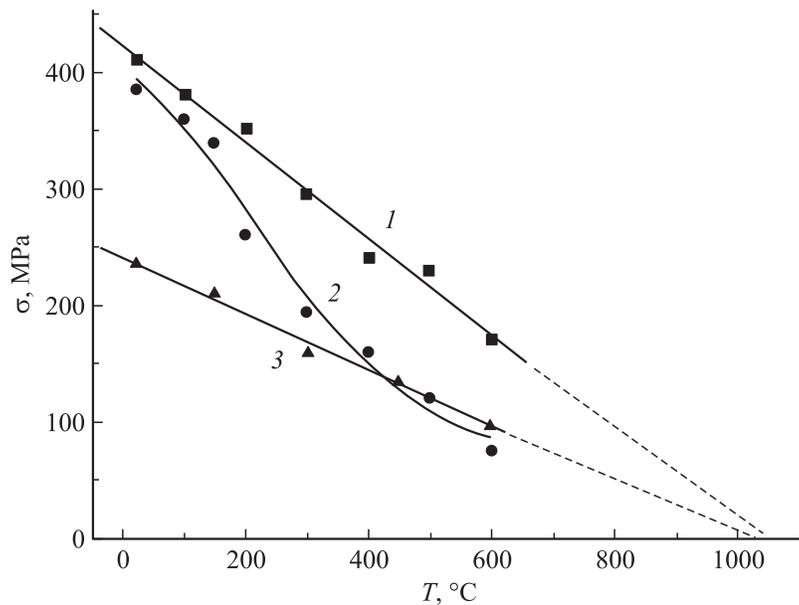
Интенсивная пластическая деформация проводилась за счет прокатки при комнатной температуре; максимальная степень прокатки составляла $\approx 98\%$.

Температурная зависимость прочности предельно прокатанного композита и для сравнения чистой меди определялась при растяжении образцов с постоянной скоростью нагружения $\sigma = 25 \text{ МПа/с}$ вплоть до их разрыва. Термоактивационный анализ этой зависимости, проводимый на основании кинетического подхода к разрушению [5], позволял оценивать энергию активации разрушения (U_0) и величину структурно-чувствительного коэффициента $\gamma = V_0 \cdot \gamma'$, где V — объем, близкий к объему атома, а γ' — безразмерный коэффициент локальных напряжений, возникающих в нагруженном материале при его деформации. Как было установлено в [6,7], величина и термостабильность коэффициента γ в металлах определяется величиной и термостабильностью малоугловой разориентации субзерен (θ) в деформированных до разрыва при разных температурах (T) и напряжениях (σ) образцах. В данной работе измерения (θ) проводились методом малоуглового рентгеновского рассеяния (МРР) [6].

Модуль Юнга оценивался из собственной частоты продольных колебаний образцов; колебания возбуждались электростатическим способом на специальной установке, созданной в ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН [3].¹

Рассмотрим экспериментальные данные. На рисунке показана температурная зависимость прочности предельно прокатанных образцов композиции Cu-HfO_2 . Видно, что разрывное напряжение линейно уменьшается с ростом T . Линейный ход зависимости прочности от температуры свидетельствует о том, что в исследуемом интервале T , σ и скорости нагружения $\dot{\sigma}$ (т.е. величине, обратной долговечности) для оценки величин U_0 и γ можно воспользоваться следствиями из

¹ Измерения модуля проводил Ю.А. Буренков.



Температурная зависимость прочности для прокатанных образцов композиции Cu–HfO₂ (1) и Cu (2), а также для образцов отожженной Cu (3).

уравнения, связывающего долговечность (τ) с σ и T [5]:

$$\tau = \tau_0 \exp(U_0 - \gamma\sigma/kT). \quad (1)$$

Исходя из уравнения (1) в [8] было показано, что при $\tau_0 \approx 10^{-13}$ s и $\sigma \approx 10^7$ Pa/s величина

$$U_0 \approx 30kT_0, \quad (2)$$

а

$$\gamma \approx -30k(\Delta\sigma/\Delta T)^{-1}. \quad (3)$$

В формулах (2) и (3) k — постоянная Больцмана; T_0 — значение температуры, полученное при экстраполяции линейной зависимости σ от T на ось $\sigma = 0$; $\Delta\sigma/\Delta T$ характеризует наклон этой зависимости.

Для корректности термоактивационного анализа (в нашем случае — оценки U_0 и γ) необходимо, как отмечалось в [9], убедиться в тождественности при изученных условиях испытания (σ , T , σ) структурного

элемента, оказывающего определяющее влияние на изучаемый процесс разрушения. Как уже отмечалось, таким структурным элементом для металлов является разориентация субзерен. Учитывая это обстоятельство, в работе методом МРР была измерена разориентация субзерен в деформированных до разрыва при разных T образцах композиции $\text{Cu}-\text{HfO}_2$. Оказалось, что во всем интервале исследованных температур величина разориентации практически одинакова, $\theta \approx 80 \pm 7'$.

В [6,7] было показано, что если постоянство γ определяется постоянством θ в испытанных при разных σ и T образцах, то сама величина γ в металле разного исходного состояния (отжига, степени прокатки и т.д.) обратно пропорциональна величине θ . Последнее подтверждается и результатами данной работы. На рисунке приведена температурная зависимость прочности прокатанных, а затем отожженных образцов меди (стабилизирующий отжиг проводился при температуре, превышающей максимальную температуру испытания). Видно, что эта зависимость, как и в случае композиционного материала, носит линейный характер. Измерения разориентации субзерен показали, что величина θ одинакова в разорванных при разных T образцах и составляет $38 \pm 4'$. Это значение в два раза меньше, чем в случае композиции $\text{Cu}-\text{HfO}_2$. Отметим, что значения напряжения разрыва в меди и композиции отличаются также практически в два раза.

Результаты структурных исследований свидетельствуют, таким образом, о корректности термоактивационного анализа температурных зависимостей прочности композита $\text{Cu}-\text{HfO}_2$ и отожженной меди.

Проведенная по формуле (2) оценка показала, что значение энергии активации разрушения U_0 в этих материалах одинаково (об этом свидетельствует экстраполяция зависимостей σ от T на ось $\sigma = 0$) и составляет $\approx 78 \text{ kcal/mol}$. Полученная величина U_0 хорошо совпадает со значением энергии межатомной связи атомов в меди (теплотой сублимации $\approx 80 \text{ kcal/mol}$), что подтверждает ведущую роль материала матрицы в сопротивлении разрушения у дисперсно-упрочненного композита. Оценки по формуле (3) показали, что значения γ и γ' для композита соответственно 1.1 nm^3 и 35 , а для меди 2.37 nm^3 и 77 , т.е. подтверждается установленная в [6,7] обратно пропорциональная связь коэффициента $\gamma(\gamma')$ с θ .

С учетом связи θ и $\gamma(\gamma')$ проанализируем температурную зависимость прочности для образцов прокатанной меди (см. рисунок). Видно, что в области $T \approx 18-150^\circ\text{C}$ эта зависимость практически линейна,

а измеренная разориентация в разорванных образцах $\approx 80 \pm 7'$, т. е. такая же, как для прокатанных образцов композита $\text{Cu} + \text{HfO}_2$ (несколько большая прочность композита по сравнению с медью обусловлена, вероятно, наличием частиц HfO_2). Однако при $T > 150^\circ\text{C}$ прочность образцов Cu , подвергнутых прокатке, становится существенно меньше прочности композита $\text{Cu}-\text{HfO}_2$. Измерение (θ) показало, что при $T > 150^\circ\text{C}$ в процессе растяжения образцов термостабильность субструктуры резко уменьшается. Так, в образцах, разорванных при 200 и 400°C величины θ составляют соответственно $60 \pm 5'$ и $38 \pm 4'$.

Таким образом, анализ полученных данных позволяет сделать вывод, что именно наличие наночастиц HfO_2 обуславливает термостабильность субструктуры, образовавшейся после интенсивной пластической деформации прокаткой и, следовательно, термостабильность прочностных свойств дисперсно-упрочненного композиционного материала. Сделанный вывод согласуется с литературными данными по влиянию наночастиц окислов на термостабильность металлов, подвергнутых интенсивной пластической деформации, связанной с РКУ [10]. Согласно этим данным, структура ультразернистых металлов стабилизируется частицами окислов или второй фазы, расположенных на границах и в стыках зерен и субзерен.

При оценке влияния прокатки на модуль упругости (E) композита $\text{Cu}-\text{HfO}_2$ оказалось, что если исходное значение $E \approx 127 \text{ GPa}$, то после прокатки со степенями 50, 75, 94% величины E соответственно ≈ 114.7 ; ≈ 93 ; $\approx 85 \text{ GPa}$. Такое уменьшение E значительно больше, чем после воздействия на данную композицию деформации за счет РКУ [3].

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект 03–03–32606).

Список литературы

- [1] Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И. и др. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск, 1994. С. 232.
- [2] Лебедев А.Б., Пульнев С.А., Ветров В.В. и др. // ФТТ. 1998. Т. 40. В. 7. С. 1268–1270.
- [3] Лебедев А.Б., Буренков Ю.А., Пульнев С.А. и др. // Изв. АН. Сер. Физ. 2000. Т. 64. В. 2. С. 381–384.

- [4] *Gertsman V.Y., Birringer R., Valiev R.Z.* // Scripta Met. Mat. 1994. V. 30. N 2. P. 229–234.
- [5] *Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.Е.* Кинетическая природа прочности твердых тел. М., 1974. С. 560.
- [6] *Журков С.Н., Бетехтин В.И., Слуцкер А.И.* // ФТТ. 1964. Т. 5. В. 5. С. 1326–1333.
- [7] *Бетехтин В.И.* // Проблемы прочности и пластичности твердых тел. Л.: Наука, 1979. С. 142–154.
- [8] *Slutsker A.I., Betekhtin V.I., Lee J.C.* // Acta Mater. 2004. V. 52. P. 2733–2738.
- [9] *Инденбом В.Л., Орлов А.Н.* // Термически активированные процессы в кристаллах. М.: Мир, 1973. В. 2. С. 3–22.
- [10] *Morris D.G., Morris M.A.* // Acta. Met. 1991. V. 39. N 8. P. 1763–1770.