

07,01

## Температурная зависимость модулей упругости субмикроструктурной меди

© Н.В. Токий, В.В. Токий, А.Н. Пилипенко, Н.Е. Письменова

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины, Донецк, Украина

E-mail: nvt1976@mail.ru

(Поступила в Редакцию 17 сентября 2013 г.)

Обсуждается возможность применения двухкомпонентной модели однофазного гибридного материала для объяснения аномальной температурной зависимости упругих модулей меди с субмикроструктурной структурой. Проведен анализ на основе новых экспериментальных результатов. Предложен двойниковый механизм изменения ориентации кристаллитов. Эти изменения и вызывают аномальное поведение упругих модулей в меди при деформации и последующих нагревах.

### 1. Введение

Изменение с температурой упругих свойств меди постоянно привлекает внимание исследователей. Вначале интерес носил чисто фундаментальный квантово-механический характер и был сосредоточен на монокристаллах хорошего качества при температурах ниже комнатной, приближающихся к жидкогелиевым [1]. Затем кроме фундаментального, возник прикладной интерес, что привело к необходимости измерений на таких же монокристаллах, но при температурах выше комнатной [2]. Наблюдаемое уменьшение упругих модулей с повышением температуры согласовывалось с физическими представлениями об ослаблении межатоминого взаимодействия. Однако переход к исследованиям меди с ультрамелкозернистой (нано- и субмикроскопической) структурой, обусловленный ее необычными механическими и физическими свойствами, выявил области аномального поведения температурной зависимости упругих свойств — увеличения модулей с ростом температуры [3]. Рассмотренные в указанной работе три возможных механизма (внутренние напряжения, решеточные дислокации и упругие модули границы) и анализ проведенных по ним оценок привели к выводу о необходимости дальнейших экспериментальных и теоретических исследований этого эффекта. Как отмечается в [4], конкретный механизм этого явления до сих пор не вполне ясен, хотя его исследованию посвящено значительное число публикаций, ссылки на которые можно найти в [5]. Поэтому целью настоящей работы является создание простейшей физической модели, позволяющей понять наблюдаемое аномальное увеличение упругих модулей при нагреве после интенсивной пластической деформации (ИПД).

### 2. Эксперимент

В качестве исследуемого материала выбрана медь чистотой 99.97%. Прутки диаметром 60 мм были обработаны методами гидроэкструзии (степень логарифмической

деформации  $e = 5.0$ ) и волочения ( $e = 1.8$ ) до диаметра 2 мм [6].

Измерения модуля сдвига  $G$  осуществлялись с помощью автоматизированной системы релаксационной спектроскопии на проволоочном образце диаметром 2 мм с расстоянием между зажимами 90 мм в режиме свободно затухающих крутильных колебаний в диапазоне частот  $f = 48–60$  Hz и температур 293–736 K, скорость изменения температуры 2 K/min. Результаты измерения модуля сдвига образца  $G(T)$  при нагреве для трех последовательных циклов нагрев–охлаждение представлены на рис. 1.

Рентгеновская структура в поперечном торцевом сечении исследовалась на дифрактометре ДРОН-3.0 в  $\text{CuK}\alpha$ -излучении на том же проволоочном образце, на котором изучалось изменение модуля сдвига, до и после первого цикла нагрев–охлаждение.

За единицу интенсивности принимались высоты рентгеновских профилей рефлексов 111  $I_{111}$  до и после

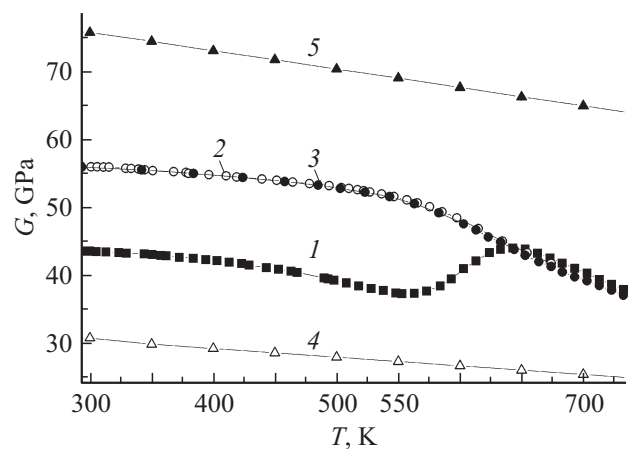
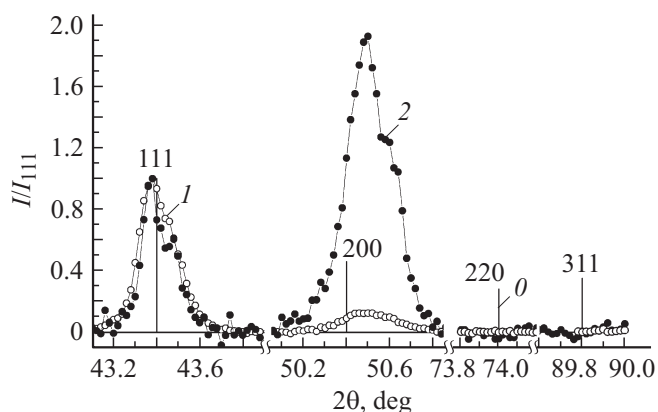


Рис. 1. Температурные зависимости модуля сдвига  $G(T)$  меди чистотой 99.97% после ИПД при первом (1), втором (2) и третьем (3) циклах нагрев–охлаждение и модулей сдвига  $G_{111}(T)$  (4) и  $G_{100}(T)$  (5) монокристалла в направлении 111 и 100 соответственно (по данным [2]).



**Рис. 2.** Нормализованные дифракционные профили рефлексов  $I/I_{111}$  для меди чистотой 99.97% после ИПД до (1) и после (2) первого цикла нагрев–охлаждение и стандартные положения интенсивности для идеальных медных порошков и поликристаллов (0).

первого цикла нагрев–охлаждение. Нормализованные дифракционные профили рефлексов  $I/I_{111}$ , а также их стандартные положения и интенсивности для идеальных медных порошков и поликристаллов из работы [7] представлены на рис. 2.

Анализ соотношения интенсивностей этих профилей показывает преимущественную ориентацию кристаллитов вдоль оси проволоочного образца в кристаллографическом направлении 111 в исходном деформированном состоянии и в направлении 100 после первого цикла нагрев–охлаждение. Рефлексы, соответствующие плоскостям 220 и 311, как видно из рис. 2, практически отсутствуют как в исходном состоянии, так и после первого цикла. Это позволяет в рамках подхода к исследованию гибридных материалов [8] предложить в настоящей работе двухкомпонентную модель однофазного гибрида для рассмотрения температурной зависимости упругих свойств ГЦК-материалов, в частности меди.

### 3. Теория

В рамках предлагаемой модели будем различать компоненты с разной кристаллографической ориентацией вдоль оси цилиндрического образца. Первый компонент выходит на поперечное сечение образца плоскостью 111, а второй — плоскостью 100.

Величины модулей Юнга  $E$  и модулей сдвига  $G$  гибридного ГЦК-материала, обозначенные здесь как  $M$ , заключены в известных пределах Фогта и Ройса [8].

При получении верхнего предела величин этих модулей постулируется, что при нагрузке два компонента гибрида подвержены одинаковой деформации; напряжение рассчитывается усреднением по объему локальных напряжений, а составной модуль следует правилу смесей

$$M_U(T) = M_{100}(T)f^V(T) + M_{111}(T)[1 - f^V(T)], \quad (1)$$

где  $f^V(T)$  — объемная доля 100-ориентированного компонента,  $1 - f^V(T)$  — объемная доля 111-ориентирован-

ного компонента,  $M_{100}(T)$  и  $M_{111}(T)$  — температурные зависимости упругих модулей монокристалла в направлении 100 и 111 соответственно.

Следовательно, объемная доля 100-ориентированного компонента гибрида в приближении Фогта может быть найдена из (1)

$$f^V(T) = \frac{M(T) - M_{111}(T)}{M_{100}(T) - M_{111}(T)}, \quad (2)$$

где  $M(T)$  — экспериментальная температурная зависимость соответствующего упругого модуля гибрида.

Объемная доля 111-ориентированного компонента гибрида в приближении Фогта может быть найдена как  $1 - f^V(T)$ .

При получении нижнего предела модулей постулируется, что при нагрузке оба компонента гибрида имеют одинаковое напряжение, а деформация рассчитывается усреднением по объему локальных деформаций, тогда составной модуль определяется выражением

$$M_L(T) = \frac{M_{100}(T)M_{111}(T)}{M_{100}(T)f^R(T) + M_{111}(T)[1 - f^R(T)]}. \quad (3)$$

Следовательно, объемная доля 100-ориентированного компонента гибрида в приближении Ройса может быть найдена из (3)

$$f^R(T) = \frac{M_{100}(T)[M_{111}(T) - M(T)]}{M(T)[M_{111}(T) - M_{100}(T)]}. \quad (4)$$

Объемная доля 111-ориентированного компонента гибрида в приближении Ройса может быть найдена как  $1 - f^R(T)$ .

Возможны более точные оценки составного модуля (см., например, [9]), но в настоящей работе для простоты ограничимся приведенным рассмотрением в приближениях Фогта и Ройса.

Описываемые температурные изменения объемных долей компонентов однофазного гибридного материала физически можно объяснить образованием двойников отжига [7] с матрицей преобразования [10]

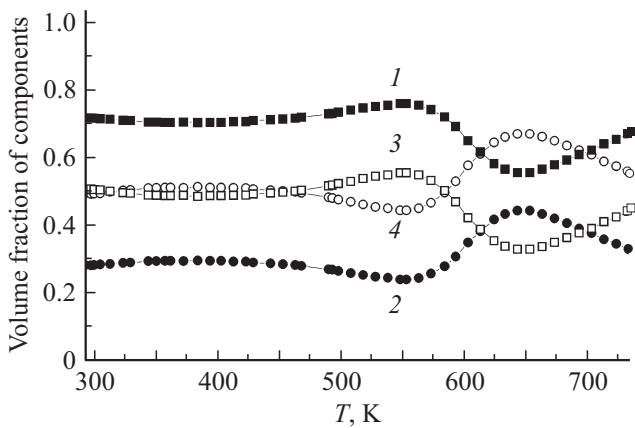
$$Q = \begin{pmatrix} -1 & 1 & 2 \\ 1 & -1 & 2 \\ 1 & 1 & 0 \end{pmatrix},$$

преобразующей индексы семейства плоскостей  $(hkl)$  „старого“ кристаллита в индексе семейства  $(h'k'l')$  „нового“, которые представляются в матричной форме

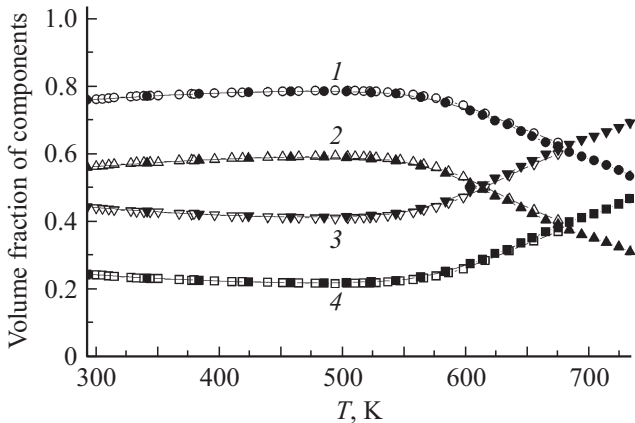
$$\begin{pmatrix} h' \\ k' \\ l' \end{pmatrix} = Q \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}.$$

### 4. Результаты и анализ

Температурные зависимости модуля сдвига при нагревании, полученные при трех циклах нагрев–охлаждение



**Рис. 3.** Изменения при первом нагреве меди чистотой 99.97% после ИПД объемных долей низко модульного (1, 3) и высоко модульного (2, 4) компонентов в приближениях Фогта (1, 2) и Ройса (3, 4).



**Рис. 4.** Обратимые изменения при нагреве меди чистотой 99.97% после ИПД объемных долей высоко модульного (1, 2) и низко модульного (3, 4) компонентов в приближениях Ройса (1, 4) и Фогта (2, 3). Светлые и темные символы отвечают второму и третьему нагреву соответственно.

до 736, 683 и 733 К соответственно, приведены на рис. 1. Видно, что аномальное увеличение модуля сдвига начинается около 553 К и продолжается приблизительно до 643 К, затем следует непрерывное снижение с ростом температуры. Эта высокотемпературная ветвь кривой зависимости  $G(T)$  является обратимой, так как наблюдается и при втором и третьем циклах нагрев–охлаждение. В противоположность этому восходящая ветвь не обнаруживается при втором и третьем циклах. Это означает, что она является необратимой.

Нужно отметить, что для исходного образца поведение модуля сдвига полностью обратимо до температур порядка 553 К. После первого цикла нагрев–охлаждение, когда заканчивается процесс необратимой релаксации, температурная зависимость модуля сдвига вновь становится обратимой во всей области исследованных температур.

Рассчитанные по формулам (2) и (4) изменения объемных долей компонентов представлены на рис. 3 и 4. В этих расчетах использованы наши экспериментальные данные для модуля сдвига меди  $G(T)$ . Температурная зависимость модуля сдвига монокристалла меди в направлении 100  $G_{100}(T)$ , равная константе упругости  $c_{44}(T)$ , взята нами из работы [2]. Температурная зависимость модуля сдвига монокристалла меди в направлении 111  $G_{111}(T)$  рассчитывалась по формуле

$$G_{111}(T) = \frac{3G_{100}(T)[c_{11}(T) - c_{12}(T)]}{[c_{11}(T) - c_{12}(T) + 4G_{100}(T)]},$$

где  $c_{11}(T)$  и  $c_{12}(T)$  — константы упругости из [2].

Увеличение объемной доли высоко модульного компонента — 100 — на стадии нагрева первого цикла происходит приблизительно до 384 К, затем следует снижение до 553 К с последующим возрастанием на участке 553–643 К, которое сменяется последующим снижением с ростом температуры.

При обратимых процессах (втором и третьем циклах) увеличение объемной доли высоко модульного компонента — 100 — продолжается приблизительно до 494 К, после чего следует непрерывное снижение с ростом температуры.

Естественно, что поведение с изменением температуры низко модульного компонента — 111 — на тождественных температурных участках противоположно.

Вклад в поведение упругих модулей по предлагаемому в настоящей работе физическому механизму изменения ориентации кристаллитов можно оценить из зависимостей (1) и (3).

Следующая из (3) нижняя оценка величины вклада (приближение Ройса)  $\Delta M_L$  имеет вид

$$\Delta M_L = M - M_0 = \frac{M_0^2}{M_{100}M_{111}} (M_{100} - M_{111})\Delta f,$$

где  $M - M_0$  и  $\Delta f = f - f_0$  — соответственно изменение упругого модуля и объемной доли высоко модульного компонента (100) за счет образования двойников отжига.

Получаемая из формулы (1) верхняя оценка величины вклада (приближение Фогта) имеет вид

$$\Delta M_U = (M_{100} - M_{111})(f - f_0) = (M_{100} - M_{111})\Delta f.$$

### 5. Выводы

1. Предложен новый возможный механизм изменения упругих свойств, объясняющий аномальное поведение температурной зависимости упругих модулей сдвигов в меди возникновением двойников отжига. Проведены оценки вклада изменения упругих модулей по предлагаемому механизму.

2. Предложен метод определения кинетики изменения объемных долей компонентов по температурной зависимости упругих модулей, который может быть успешно использован для исследования процесса образования

двойников отжига (вращения) при рекристаллизации в меди.

3. Для исследуемой меди чистотой 99.97% после комбинированной деформации выявлены диапазоны возрастания и снижения объемных долей высокомодульного и низко модульного компонентов однофазного материала.

## Список литературы

- [1] W.C. Overton, Jr., J. Gaffney. *Phys. Rev.* **98**, 969 (1955).
- [2] Y.A. Chang, L. Himmel. *J. Appl. Phys.* **37**, 3567 (1966).
- [3] N.A. Akhmedeev, R.Z. Valiev, N.P. Kobelev, R.R. Mulyukov, Y.M. Soifer. *ФТТ* **34**, 3155 (1992).
- [4] Е.Л. Кольванов, Н.П. Кобелев, Ю. Эстрин. *Деформация и разрушение материалов* **4**, 1 (2010).
- [5] N. Kobelev, E. Kolyvanov, Y. Estrin. *Acta Mater.* **56**, 1473 (2008).
- [6] V. Spuskanyuk, O. Davydenko, A. Berezina, O. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, D. Spiridonov. *J. Mater. Proc. Technol.* **210**, 1709 (2010).
- [7] B.D. Cullity. *Elements of X-ray diffraction*. Addison–Wesley Publ. Company (1959). 514 p.
- [8] M.F. Ashby, *Materials selection in mechanical design*. 4th ed. Publ. by Elsevier Ltd. (2011). 646 p.
- [9] R.W. Hill. *Proc. Phys. Soc. London*, **65A**, 349 (1952).
- [10] A. Kelly, G. Grows. *Crystallography and defects in crystals*. Longman, London (1970). 319 p.