

05

## Влияние равноканального углового прессования и гидростатического давления на упругие и микропластические свойства сплава Cu–0.2 wt.% Zr

© Б.К. Кардашев,<sup>1</sup> В.И. Бетехтин,<sup>1,2</sup> М.В. Нарыкова,<sup>1,¶</sup> А.Г. Кадомцев,<sup>1</sup> О.В. Амосова<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Тольяттинский государственный университет,  
445020 Тольятти, Россия

¶ e-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 17 сентября 2018 г.

В окончательной редакции 22 марта 2019 г.

Принято к публикации 15 апреля 2019 г.

Изучено и проанализировано влияние интенсивной пластической деформации и последующего воздействия высокого гидростатического давления на упругие и микропластические свойства сплава Cu–0.2 wt.% Zr. Проведена оценка влияния на эти свойства нанопористости, которая образуется в процессе равноканального углового прессования и залечивается при наложении гидростатического давления.

**Ключевые слова:** РКУП, Cu–Zr, модуль Юнга, декремент, условный предел микротекучести, упруго-пластические свойства.

DOI: 10.21883/JTF.2019.10.48172.341-18

### Введение

Известно, что микро- и субмикроструктурные (МСМ) металлы и сплавы, полученные при интенсивной пластической деформации (ИПД) методом равноканального углового прессования (РКУП), имеют высокие значения микротвердости, предела прочности и текучести; в настоящее время выявлены основные структурные особенности, обуславливающие эти механические свойства [1–5]. Упруго-пластические характеристики МСМ металлических материалов и природа структурных факторов их определяющих изучены существенно меньше [5–7]. Между тем уровень упругих и пластических свойств этих материалов важен для многих областей техники и биомедицины [3,8].

В настоящей работе исследовались акустические (упругие и микропластические) свойства сплава Cu–Zr. Интерес к этому материалу обусловлен тем, что медь и ее сплавы имеют высокую электропроводность и находят широкое практическое применение. Отметим, что некоторые особенности электропроводности и ее связи с упругими характеристиками МСМ металлов рассмотрены авторами в [9].

Для изучения природы структурных факторов, влияющих на упруго-пластические свойства МСМ сплава Cu–Zr, эти свойства определялись до и после воздействия высокого гидростатического давления, которое ведет к залечиванию [10] образовавшихся при ИПД нанопор. При анализе особенностей структуры, влияющих на свойства сплава Cu–Zr, в дальнейшем будут использованы результаты структурных исследований, полученные ранее в [11].

### Материал и экспериментальные методы

Исследуемый сплав Cu–0.2 wt.% Zr подвергался гомогенизирующему отжигу при 1025 К в течение 24 h, затем холодной прокатке и вторичному отжигу при 1233 К в течение 1 h. После такой обработки размер зерен в сплаве достигал 350 μm. Затем сплав подвергался разному (от 1 до 12) числу проходов при РКУП (с поворотом на 90° после каждого прохода) при комнатной температуре. Из полученных после этого заготовок<sup>1</sup> для акустических измерений приготавливались образцы в форме стержней прямоугольного поперечного сечения ~ 2 × 2 mm<sup>2</sup> длиной ~ 18 mm.

В настоящей работе, как и в [6,7,12], для изучения упругих и микропластических свойств использовался резонансный метод составного пьезоэлектрического вибратора. Длина образца  $l \approx 18$  mm обеспечивала резонансную частоту продольных колебаний образца  $f$  вблизи 100 kHz. Модуль Юнга определялся по формуле

$$E = 4\rho l^2 f^2,$$

где  $\rho$  — плотность образца.

Метод составного вибратора [12] позволяет изучать поведение модуля Юнга  $E$  и логарифмического декремента  $\delta$  (внутреннего трения) в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации  $\epsilon$ , когда при достаточно больших  $\epsilon$  в материале образца возникает нелинейное, амплитудно-зависимое поглощение ультразвуку

<sup>1</sup> Авторы выражают искреннюю благодарность профессору V. Sklenicka и его коллегам (ИФМ, Брно, Чешская республика) за предоставление заготовок сплава Cu–Zr после его термообработки и РКУП.

ка  $\delta_h = \delta - \delta_i$  и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга

$$(\Delta E/E)_h = (E - E_i)/E_i.$$

Здесь  $E_i$  и  $\delta_i$  — значения модуля Юнга и декремента, измеряемые при малых амплитудах, где модуль  $E$  и декремент  $\delta$  еще не зависят от  $\varepsilon$ .

В настоящей работе, как и в [6,7], по результатам измерений амплитудных зависимостей  $E(\varepsilon)$  строились диаграммы „напряжение–неупругая деформация“. Для этого по оси ординат откладывались значения амплитуд колебательных напряжений  $\sigma = E\varepsilon$ , а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация

$$\varepsilon_d = \varepsilon(\Delta E/E)_h.$$

Эти данные позволяют проследить за изменением микропластических свойств материала в зависимости от предыстории образца на уровне неупругих деформаций от  $10^{-9}$  до  $10^{-6}$  и оценивать величину условного предела микротекучести  $\sigma_s$ .

Плотность образцов после разного числа проходов РКУП и после воздействия высокого (1.5 GPa) давления определялась прецизионным методом гидростатического взвешивания, относительная погрешность не превышала  $2 \cdot 10^{-4}$ . Измерение плотности и воздействие гидростатического давления проводились при комнатной температуре. Отметим, что, согласно электронно-микроскопическим исследованиям, проведенным в [10], размер зерен в результате РКУП уменьшался от 350 до (после 12 проходов)  $0.35 \mu\text{m}$ ; сплав содержал precipitates  $\text{Cu}_9\text{Zr}_2$  размером от 1 до 10 nm.

## Экспериментальные данные и их обсуждение

Основные экспериментальные данные, полученные в настоящей работе, представлены на рис. 1, 2 и в таблице. В качестве примера на рис. 1, *a* приводятся амплитудные зависимости модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$ , полученные на образцах  $\text{Cu}-0.2 \text{ wt}\% \text{ Zr}$ , как в исходном состоянии, так и после воздействия на образец гидростатического давления. Рис. 1, *b* представляет аналогичные данные для образцов  $\text{Cu}-0.2 \text{ wt}\% \text{ Zr}$ , подвергнутых четырем проходам РКУП. При сопоставлении данных рис. 1, *a* и *b* видно, что если в исходном состоянии (без РКУП) после приложения гидростатического давления модуль  $E$  уменьшается, а декремент растет, то после РКУП давление заметно увеличивает модуль, а затухание ультразвука меняется мало. Подобные данные получены и на других образцах  $\text{Cu}-0.2 \text{ wt}\% \text{ Zr}$  после 1, 8 и 12 проходов РКУП.

На рис. 2, *a* показаны диаграммы „напряжение–неупругая деформация“ для образцов сплава  $\text{Cu}-0.2 \text{ wt}\% \text{ Zr}$  в исходном состоянии и после 4, 8 и 12 проходов РКУП, полученные по данным акустических измерений.

Плотность  $\rho$ , модуль Юнга  $E$ , амплитудно-независимый декремент  $\delta_i$  и условный предел микротекучести  $\sigma_s$  при неупругой деформации  $\varepsilon_d = 2.0 \cdot 10^{-8}$  при 0, 1, 4, 12 проходах РКУП до и после (в скобках) приложения гидростатического давления

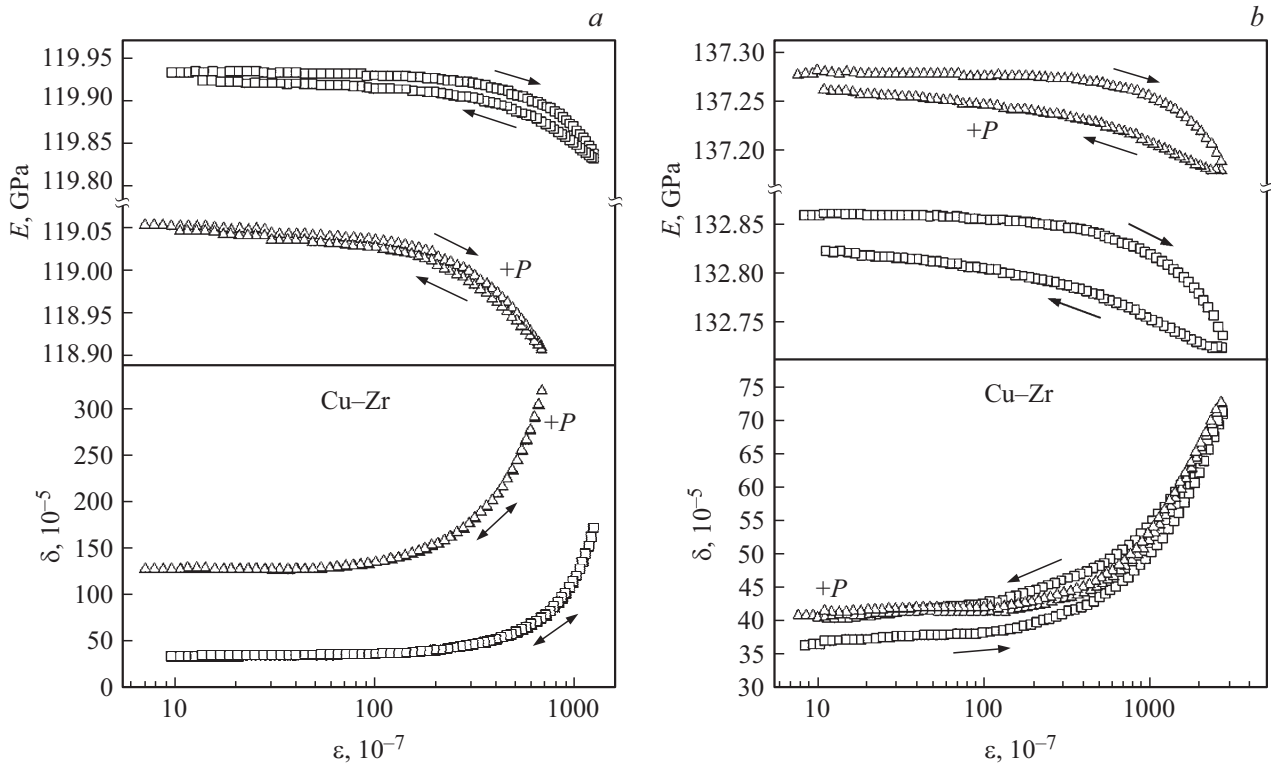
Число проходов РКУП	$E$ , GPa	$\delta_i$ , $10^{-3}$	$\sigma_s$ , МПа	$\rho$ , $\text{g/cm}^3$
0	119.93	34	7.9	8.908
	(119.05)	(128)	(4.2)	(8.909)
1	134	33	8.1	8.886
	(136)	(45)	(11)	(8.900)
4	132.9	36	10.4	8.884
	(137.3)	(40)	(14.2)	(8.896)
12	135.6	33	18.5	8.865
	(133.05)	(17)	(21.7)	(8.909)

На рис. 2, *b* данные относятся к образцам, подвергнутым РКУП, а затем — воздействию гидростатического давления. Из рисунков видно, что увеличение числа проходов РКУП последовательно упрочняет материал: при большей предварительной пластической деформации сплава для одной и той же деформации  $\varepsilon_d$  необходимо более высокое напряжение  $\sigma$ .

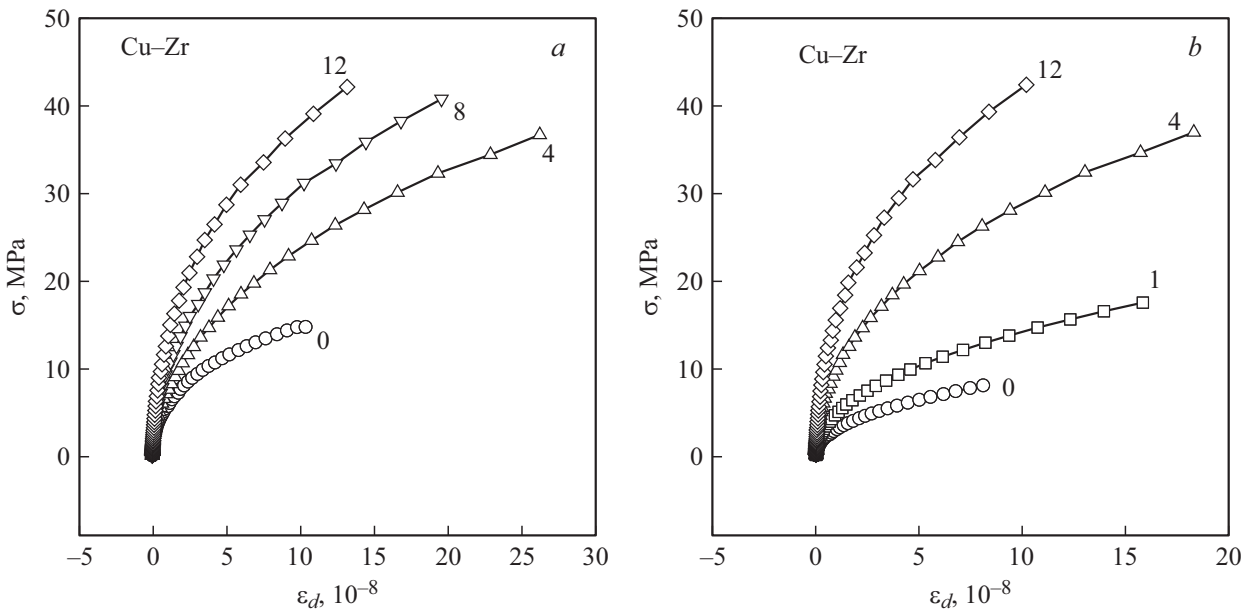
Значения модуля Юнга  $E$ , декремента  $\delta_i$  и величин условного предела микротекучести  $\sigma_s$  образцов сплава  $\text{Cu}-0.2 \text{ wt}\% \text{ Zr}$  для наглядности обсуждения сведены в таблицу.

При рассмотрении данных таблицы следует обратить внимание на следующее. Модуль Юнга после одного прохода РКУП увеличивается от  $\sim 119$  до  $\sim 130$  GPa и в дальнейшем (при увеличении числа проходов) остается практически на постоянном уровне с небольшими колебаниями в ту или иную сторону. Такое поведение действующего (измеряемого) модуля упругости можно объяснить совместным влиянием дислокационной деформации, которая может менять модуль как в сторону увеличения, так и в сторону уменьшения за счет увеличения плотности дислокаций и уменьшения характерной длины дислокационных сегментов [12,13], а также образованием при РКУП высоких внутренних напряжений [14,15]. На модуль  $E$  может влиять также изменение при РКУП плотности (см. таблицу), которая, как показано в [10,16], во многом обусловлена образованием нанопор размером  $\sim 10-30$  nm. Однако с учетом всех структурных факторов резкий рост  $E$  после первых проходов РКУП обусловлен в основном появлением высоких внутренних напряжений. Аналогичный вывод был сделан ранее для Al и Ti [6,7,17].

Таким же образом объясняется поведение декремента  $\delta_i$ , с той лишь разницей, что внутренние напряжения не должны оказывать влияния на этот параметр. Здесь интересно отметить практическое постоянство декремента независимо от числа проходов РКУП для образцов, которые в дальнейшем не подвергались воздействию гидростатического давления. Что касается данных по  $\delta_i$  для образцов после приложения гидростатического



**Рис. 1.** Амплитудные зависимости модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$ , измеренные на образцах сплава Cu–Zr в исходном состоянии (a) и после 4-х проходов РКУП (b) до и после приложения гидростатического давления (+P); стрелки указывают направление изменения амплитуды; измерения проводились при комнатной температуре после длительной выдержки при  $\sim 20^\circ\text{C}$ .



**Рис. 2.** Диаграммы „напряжение–неупругая деформация“ для образцов сплава Cu–Zr в исходном состоянии (0) и после различного числа проходов РКУП до (a) и после (b) приложения гидростатического давления; измерения выполнены при комнатной температуре.

давления, то здесь имеет место монотонное уменьшение декремента с увеличением числа проходов РКУП. Для образца, который не подвергался РКУП, обращает на себя внимание значительный рост декремента после

воздействия гидростатического давления (с  $34 \cdot 10^{-5}$  до  $128 \cdot 10^{-5}$ ). Очевидно, что здесь под давлением возникают свежие дислокации (скорее всего из-за наличия преципитатов), что, как обычно для пластичных кри-

сталлических материалов [12,13], уменьшает модуль и увеличивает декремент.

Для условного предела микротекучности характерным является рост значений  $\sigma_s$  с увеличением числа проходов РКУП. Однако здесь так же, как и для модуля и декремента, имеет место обычное для пластичных кристаллических материалов уменьшение  $\sigma_s$  после небольшой пластической деформации, что видно при сравнении данных для образцов, не подвергавшихся воздействию РКУП ( $\sigma_s$  уменьшается с 7.9 до 4.2 МПа). Для образцов с 4, 8 и 12 проходами РКУП наблюдается увеличение  $\sigma_s$ , как до, так и после приложения гидростатического давления. Это может быть связано с изменениями дислокационной структуры и с уменьшением нанопористости; после ее залечивания под давлением эффект роста  $\sigma_s$  повышается.

## Заключение

В работе изучено поведение модуля Юнга, логарифмического декремента, а также микропластических характеристик сплава Cu–0.2 wt% Zr после интенсивной пластической деформации методом РКУП и последующего воздействия на образцы высокого гидростатического давления. Показано, что РКУП увеличивает модуль Юнга и уровень напряжений микропластического течения, а величина декремента остается практически постоянной. Существенное увеличение модуля упругости после РКУП обусловлено появлением высоких внутренних напряжений. Рост предела микротекучности с увеличением числа проходов РКУП является характерным, что связано с изменением дислокационной структуры. Проведена оценка влияния пористости, которая образуется в процессе РКУП и залечивается при наложении гидростатического давления. Немонотонное изменение модуля упругости после обработки давлением можно объяснить совместным влиянием дислокационной деформации, изменением уровня внутренних напряжений, а также эволюцией нанопористости.

## Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-08-00360).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Сегал М., Резников А.Е., Копылов В.И. // Изв. АН СССР. Металлы. 1981. Т 1. С. 113–122.
- [2] Gleiter H. // Progr. Mater. Sci. 1989. Vol. 33. P. 233–251.
- [3] Zeheibauer M.J., Zhu Y.T. Bulk nanostructure materials. Wiley–VCH, Weinheim, 2009. 736 p.
- [4] Валиев Р.З., Александров Г.В. Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 292 с.
- [5] Андреевский Р.А., Глезер А.М. // УФН. 2009. Т. 179. Вып. 4. С. 337–358. [Andrievski R.A., Glezer A.M. // Physics-Uspekhi. 2009. Vol. 52. N 4. P. 315–334.]
- [6] Кардашев Б.К., Бетехтин В.И., Нарыкова М.В. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 12. С. 94–106. [Kardashev B.K., Betekhtin V.I., Narykova M.V. // Tech. Phys. 2015. Vol. 60. N 12. P. 1829–1841.] DOI: 10.1134/S1063784215120063
- [7] Кардашев Б.К., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В., Колобов Ю.Р. // ЖТФ. 2017. Т. 87. Вып. 9. С. 1362–1366. [Kardashev B.K., Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G., Narykova M.V., Kolobov Y.R. // Tech. Phys. 2017. Vol. 62. N 9. P. 1372–1376.] DOI: 10.1134/S1063784217090110
- [8] Kolobov Y.R. // Nanotech. Russia. 2009. Vol. 11–12. P. 758–775.
- [9] Кардашев Б.К., Сапожников К.В., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В. // ФТТ. 2017. Т. 59. Вып. 12. С. 2358–2362. [Kardashev B.K., Sapozhnikov K.V., Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G., Narykova M.V. // Phys. Solid State. 2017. Vol. 59. N 12. P. 2381–2386.] DOI: 10.1134/S1063783417120204
- [10] Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Saxl I. // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 10. С. 1787–1790. [Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G., Sklenicka V., Saxl I. // Phys. Solid State. 2007. Vol. 49. N 10. P. 1874–1877.] DOI: 10.1134/S1063783407100101
- [11] Dvorak J., Sklenicka V., Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G., Kral P., Svoboda M. // Mater. Sci. Eng. A. 2013. Vol. 584. P. 103–113. DOI: 10.1016/j.msea.2013.07.018
- [12] Нуканоров С.П., Кардашев Б.К. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. М.: Наука, 1985. 254 с.
- [13] Gremaud G. // Mat. Sci. Forum. 2001. Vol. 178. P. 366–368.
- [14] Chernov V.M., Kardashev B.K., Krjukova L.M., Mamaev L.I., Plaksin O.A., Rusanov A.E., Solonin M.I., Stepanov V.A., Votinov S.N., Zivalski L.P. // J. Nucl. Mater. 1998. Vol. 257. N 3. P. 263–269.
- [15] Кардашев Б.К., Плаксин О.А., Степанов В.А., Чернов В.М. // ФТТ. 2004. Т. 46. Вып. 8. С. 1409–1415. [Kardashev B.K., Plaksin O.A., Stepanov V.A., Chernov V.M. // Phys. Solid State. 2004. Vol. 46. N 8. P. 1449–1455.] DOI: 10.1134/1.1788777
- [16] Бетехтин В.И., Sklenicka V., Saxl I., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В. // ФТТ. 2010. Т. 52. Вып. 8. С. 1517–1523. [Betekhtin V.I., Sklenicka V., Saxl I., Kardashev B.K., Kadomtsev A.G., Narykova M.V. // Phys. Solid State. 2010. Vol. 52. N 8. P. 1629–1636.] DOI: 10.1134/S1063783410080111
- [17] Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Кардашев Б.К. // ФТТ. 2006. Т. 48. Вып. 8. С. 1421–1427. [Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G., Kardashev B.K. // Phys. Solid State. 2006. Vol. 48. N 8. P. 1506–1512.] DOI: 10.1134/S1063783406080142