

PACS: 81.40.-z, 81.40.Vw

М.В. Дегтярев<sup>1</sup>, Д.К. Покрышкина<sup>1</sup>, В.И. Копылов<sup>2</sup>, Л.М. Воронова<sup>1</sup>,  
Т.И. Чащухина<sup>1</sup>

## ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ДЕФОРМАЦИИ РАВНОКАНАЛЬНЫМ УГЛОВЫМ ПРЕССОВАНИЕМ НА ЭВОЛЮЦИЮ СТРУКТУРЫ МЕДИ ПРИ СДВИГЕ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

<sup>1</sup>Институт физики металлов УрО РАН  
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620990, Россия  
E-mail: highpress@imp.uran.ru

<sup>2</sup>Физико-технический институт НАНБ  
ул. Академика Купревича, 10, г. Минск, 220141, Беларусь

*Исследовано развитие динамической рекристаллизации (ДР) при комнатной температуре в меди марки М0б с различной исходной структурой. Ультрадисперсная зеренно-субзеренная структура, характеризуемая средним размером элемента 0.4 мкм, была получена деформацией методом равноканального углового прессования (РКУП). Рекристаллизационный отжиг привел к крупнокристаллическому (КК) состоянию со средним размером зерна 60 мкм. При последующей деформации сдвигом под давлением зафиксировано измельчение зерна в КК-меди по механизму ДР, а в ультрадисперсной – в основном на стадии деформационного упрочнения, предшествующей динамической рекристаллизации. В последнем случае ДР привела к уменьшению коэффициента формы зерна и увеличению доли зеренной структуры. Смена стадий структурного состояния при ДР определяется температурно-скоростными условиями деформации и не зависит от исходной структуры меди.*

**Ключевые слова:** деформация, динамическая рекристаллизация, деформационное упрочнение, микроструктура

### Введение

Большая пластическая деформация меди при комнатной температуре принципиально отличается от деформации многих других металлов тем, что приводит к развитию ДР [1,2]. Особенностью ДР является ее циклический характер [3]. Циклы рекристаллизации, включающие зарождение, рост и деформацию новых зерен, могут следовать друг за другом или накладываться один на другой. Осцилляция на кривой упрочнения наблюдается, когда зерна успевают значительно вырасти до того, как станет возможным новое зарождение. Если рекристаллизующиеся области достигают критической деформации для повторного зарождения до завершения полного цикла рекристаллизации, осцилляция не проявляется. В зависимости от соотношения размеров исходного и

рекристаллизованного зерна при ДР может происходить как измельчение, так и укрупнение структуры [3]. Измельчение наблюдается, когда исходное зерно намного больше рекристаллизованного. Тогда зарождение сначала происходит на границах исходных зерен, а затем – на границах ДР-зерен. Если размер рекристаллизованного зерна соизмерим с размером исходного, то местами зарождения служат только границы исходных зерен и измельчение не происходит. Таким образом, исходный размер зерна оказывает значительное влияние на эволюцию структуры при ДР. Целью настоящей работы было сравнить развитие ДР в меди с разной исходной структурой различной дисперсности.

### Методика эксперимента

Медь марки М06 (99.97% Cu) для получения ультрадисперсной зеренно-субзеренной структуры деформировали способом РКУП по режиму «Б» с углом пресечения каналов  $90^\circ$  [4] и числом циклов  $N = 16$ . Часть деформированного материала рекристаллизовали при 873 К, 1 h для получения КК-состояния. Как деформированные, так и КК-образцы диаметром 5 mm, толщиной 0.3 mm деформировали сдвигом под давлением 6 GPa с углом поворота наковальни  $\varphi$  от  $15^\circ$  до 10 оборотов, а также осадкой под тем же давлением без поворота наковальни ( $e = 0.5$ ). Образцы для осадки и деформации сдвигом вырезали поперек направления последнего сдвига при РКУП. Интенсивность деформации при РКУП за  $N = 16$  составляет  $\Gamma = 32$ , а истинная логарифмическая деформация  $e = 3$  [4]; при сдвиге под давлением  $e = 12$  [2].

Формирование структуры при ДР идет в соответствии с температурой и скоростью деформации. Их совместное влияние учитывается параметром Зинера–Холломона ( $Z$ ), на практике используют  $\ln Z$  [5]. Применение этого параметра возможно при условии, что коэффициент деформационного упрочнения стремится к нулю, когда деформация проходит в установившемся режиме [5]. Это необходимое условие выполняется, так как при деформации меди со степенью  $e > 2$  упрочнение не происходит [2]. Скорость деформации при РКУП составляла  $\dot{\epsilon} \sim 1 \text{ s}^{-1}$ , а при сдвиге под давлением уменьшалась от  $10^{-1}$  до  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  с увеличением поворота наковальни от  $15^\circ$  до 10 оборотов [2]. Температура деформации при сдвиге под давлением составляла около 300 К.

На формирование структуры оказывает влияние не только ДР, но и постдинамическая рекристаллизация (ПДР), избежать которой в настоящей работе невозможно, поскольку комнатная температура является температурой деформации [1,2]. Поэтому время после деформации сдвигом под давлением до исследования не превышало 2 d.

Измерения твердости проводили на приборе ПМТ-3 при нагрузке 0.125 N. Структуру исследовали с помощью электронного микроскопа JEM 200СХ на расстоянии 1.5 mm от центра образцов. Размер элементов структуры определяли по электронно-микроскопическим светлопольным и темнопольным изображениям в рефлексе  $(111)_\gamma$  по результатам более 200 измерений с погрешностью менее 10%. Обработку результатов проводили с использованием программы «STATISTICA 5.5».

Результаты эксперимента и их обсуждение

Деформация РКУП не привела к образованию однородной по типу структуры (рис. 1). В ней присутствуют дислокационные ячейки, субзерна и рекристаллизованные зерна, средний размер элементов структуры составляет 0.4 и 0.5  $\mu\text{m}$  соответственно поперек и вдоль направления последнего сдвига. Коэффициент формы в обоих направлениях равен 2, что говорит о слабом развитии рекристаллизации. После отжига средний размер зерна превышает средний размер элементов структуры после РКУП на 2 порядка (60  $\mu\text{m}$ ).

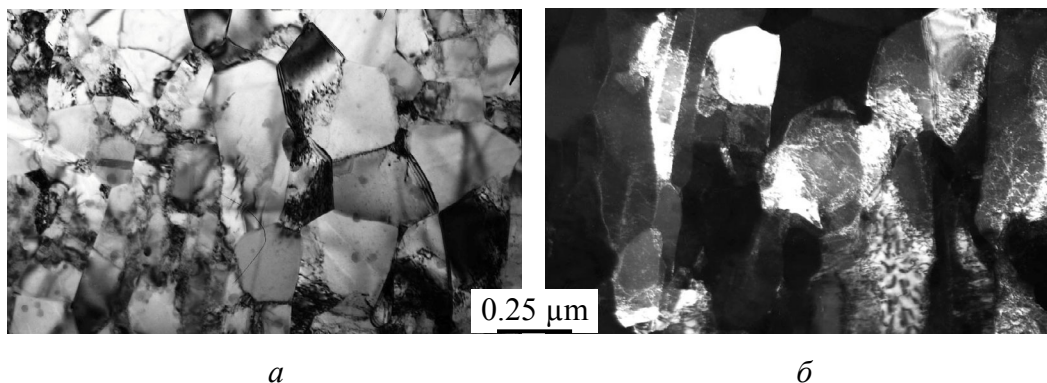


Рис. 1. Микроструктура меди после РКУП в направлении поперек последнего сдвига: *a* – светлопольное, *б* – темнопольное изображение в рефлексе типа (111) $\gamma$

Твердость меди после РКУП в 1.5 раза превышает твердость КК-меди, однако деформация осадкой приводит к выравниванию ее значений, и при последующей деформации сдвигом твердость практически не изменяется и не зависит от исходного состояния материала (рис. 2). После деформации осадкой ( $e = 0.6$ ) структура РКУП-меди изменяется слабо, а в КК-меди ( $e = 0.9$ ) на фоне слаборазориентированной ячеистой структуры формируются отдельные центры рекристаллизации. После сдвига под давлением с  $\phi = 15^\circ$  ( $e = 2$ ) в КК-меди количество центров рекристаллизации увеличивается. Начиная с этой деформации, характер структуры не зависит от исходного состояния меди (рис. 3), и различаются только размерные параметры.

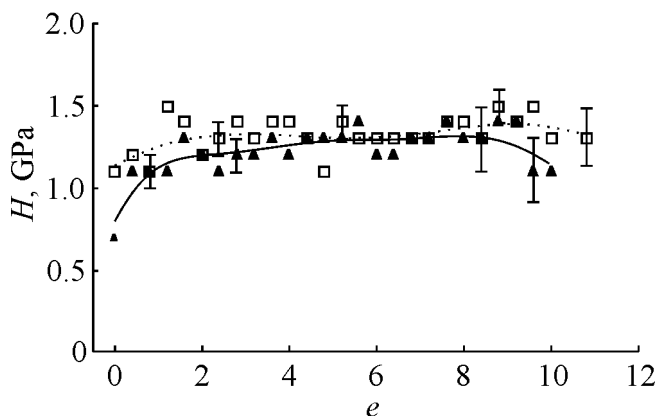


Рис. 2. Твердость деформированной меди: □ – исходно деформированная РКУП, ▲ – исходно КК

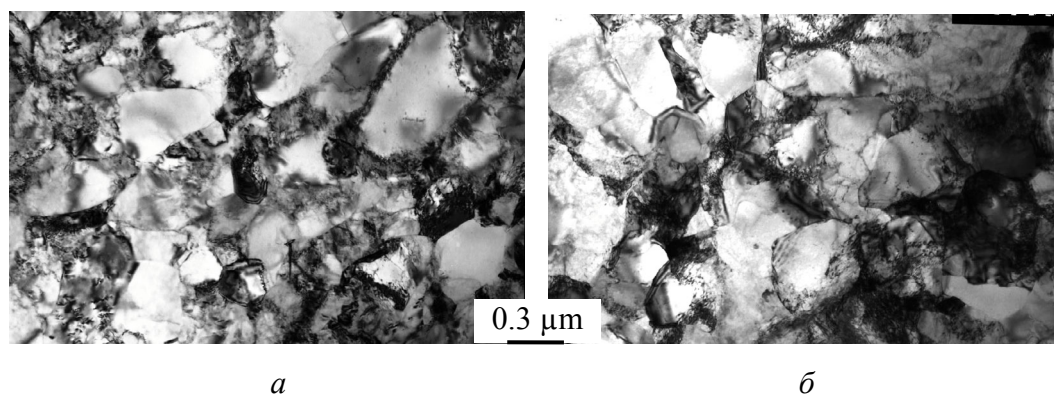


Рис. 3. Микроструктура меди после деформации сдвигом под давлением с  $\varphi = 15^\circ$  ( $e = 2$ ,  $\ln Z = 42$ ): *a* – исходно КК, *б* – исходно деформированная РКУП

Тип структуры и стадийность структурообразования в условиях ДР определяются значением  $\ln Z$ . Установлено [2], что в меди ДР развивается в интервале значений  $\ln Z = 37\text{--}42$ . Причем при увеличении  $\ln Z$  от 38 до 42 доля рекристаллизованной структуры уменьшается, при  $\ln Z$  выше 42 ДР не развивается, уступая место деформационному упрочнению.

Деформация сдвигом под давлением в образцах с различной исходной структурой в настоящей работе происходила в близких условиях (рис. 4). Формирование структуры при деформации с  $\varphi = 15^\circ$  соответствует переходу от стадии наклепа к стадии отдельных динамически рекристаллизованных зерен. Когда значение  $\ln Z \leq 42$ , структурные исследования в КК-меди, в которой исходно не было мелких зерен, обнаруживают образование центров рекристаллизации размером около  $0.3 \mu\text{m}$  (рис. 3, *a*). В РКУП-меди уже присутствовали мелкие зерна, поэтому сложно сказать, образуются ли новые зерна при деформации сдвигом (рис. 3, *б*). При увеличении степени деформации и соответствующем снижении  $\ln Z$  все большее влияние на структуру оказывает ДР. Независимо от исходного состояния возрастает доля зеренной структуры, часть зерен содержит двойники отжига, кроме того, в РКУП-меди значение коэффициента формы уменьшается от 2 до 1.

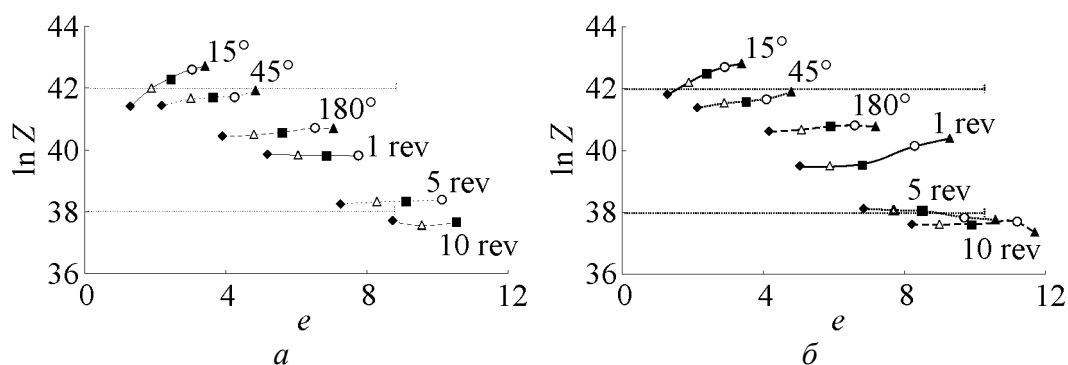


Рис. 4. Температурно-скоростные условия деформации при сдвиге под давлением: *a* – исходно КК, *б* – исходно деформированная РКУП. Расстояние от центра образца, mm:  $\blacklozenge$  – 0.5,  $\triangle$  – 1.0,  $\blacksquare$  – 1.5,  $\circ$  – 2.0,  $\blacktriangle$  – 2.5

Все это свидетельствует о протекании ДР и ПДР (рис. 5). При максимальной степени деформации (10 оборотов наковальни) структура формируется в условиях полной ДР ( $\ln Z < 38$ ), в этом случае структура образована однородными по размеру рекристаллизованными зернами (рис. 5,б).

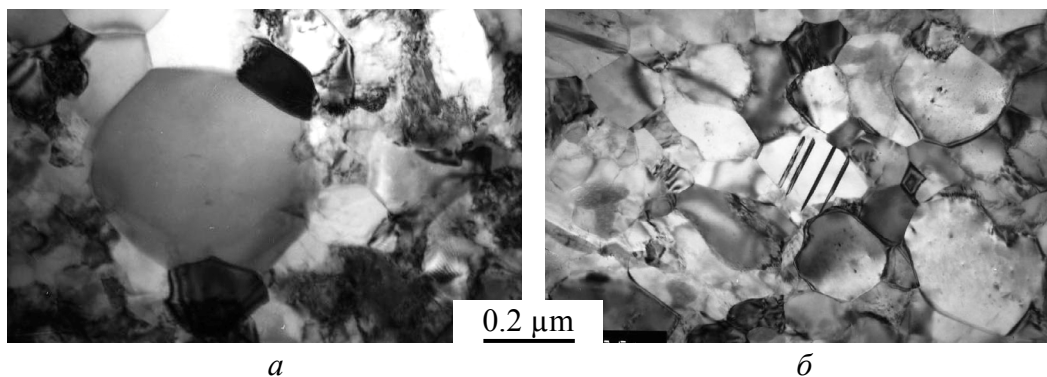


Рис. 5. Микроструктура меди: *a* – исходно деформированная РКУП + сдвиг с  $\varphi = 180^\circ$  ( $e = 6$ ,  $\ln Z = 40.8$ ); *б* – исходно КК + сдвиг на 10 оборотов наковальни ( $e = 10.5$ ,  $\ln Z = 37.7$ )

Поскольку избежать роста зерна по окончании большой пластической деформации меди невозможно, средний размер элементов структуры отражает совместное действие ДР и ПДР. Последняя искажает структурные изменения, происходящие при деформации, и приводит к появлению «хвостов» на распределении элементов структуры по размерам. В отсутствие крупных ПДР зерен значение коэффициента вариации линейных размеров составляет 0.5–0.6 и соответствует размерно однородной структуре [6]. Поэтому из распределения исключили самые крупные зерна, уменьшив коэффициент вариации до 0.6, и определили среднее значение размера зерна  $d_1$  в измененных таким образом распределениях. Ультрадисперсная структура РКУП-меди при последующей деформации сдвигом дополнительно измельчается до 0.2  $\mu\text{m}$  (рис. 6), пока деформация еще осуществляется в условиях преобладания наклепа ( $\ln Z > 40$ ).

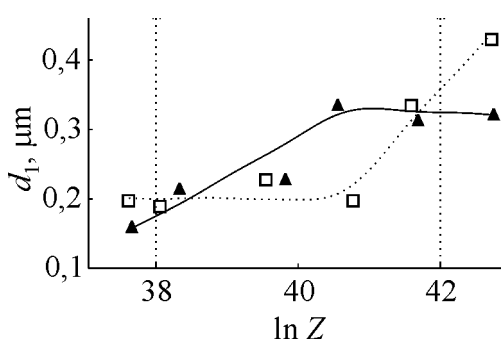


Рис. 6. Зависимость размера рекристаллизованного зерна от температурно-скоростных условий деформации: □ – исходно деформированная РКУП, ▲ – исходно КК

Когда ведущую роль приобретает ДР ( $\ln Z < 40$ ), измельчение не происходит. Напротив, в КК-материале именно развитие ДР приводит к измельчению структуры. При  $\ln Z > 40$  в КК-меди  $d_1 = 0.30\text{--}0.35 \mu\text{m}$  и соответствует размеру формирующихся центров ДР. На рис. 6 наблюдается тенденция к большему измельчению КК-материала. Это не противоречит литературным данным [3].

### Заклучение

Подтверждена известная из литературы тенденция изменения размера зерна при динамической рекристаллизации. Обнаружено, что в исходно деформированной ультрадисперсной меди дополнительное измельчение элементов структуры при деформации сдвигом под давлением происходит на стадии деформационного упрочнения. Уменьшение коэффициента формы и увеличение доли зеренной структуры свидетельствует о ДР, а образование двойников отжига подтверждает протекание ПДР. В КК-меди зерно измельчается по механизму ДР. После деформации сдвигом с  $e > 2$  структура не зависит от исходного состояния материала. Смена стадий структурного состояния при ДР определяется температурно-скоростными условиями деформации и не зависит от исходной структуры меди.

Работа выполнена при частичной поддержке программы Уральского отделения РАН № 09-М-23-2009 и гранта РФФИ 08-03-00370.

1. *Н.А. Смирнова, В.И. Левит, В.П. Пилюгин, Р.И. Кузнецов, Л.С. Давыдова, В.А. Сазонова, ФММ* **61**, 1170 (1986).
2. *M.V. Degtyarev, T.I. Chashchukhina, L.M. Voronova, A.M. Patselov, V.P. Pilyugin, Acta Mater.* **55**, 6039 (2007).
3. *С.С. Горелик, С.В. Добаткин, Л.М. Капуткина, Рекристаллизация металлов и сплавов, МИСИС, Москва* (2005).
4. *В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов, Д.А. Павлик, В.Ф. Малышев, Процессы пластического структурообразования металлов, Наука и техника, Минск* (1994).
5. *М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский, М.Л. Капуткина, Термомеханическая обработка стали, Металлургия, Москва* (1983).
6. *В.Ю. Новиков, Вторичная рекристаллизация, Металлургия, Москва* (1990).

*М.В. Дегтярьов, Д.К. Покришкін, В.І. Копилов, Л.М. Воронова, Т.І. Чащухіна*

### ВПЛИВ ПОПЕРЕДНЬОЇ ДЕФОРМАЦІЇ РІВНОКАНАЛЬНИМ КУТОВИМ ПРЕСУВАННЯМ НА ЕВОЛЮЦІЮ МІДІ ПРИ ЗСУВІ ПІД ТИСКОМ

Досліджено розвиток динамічної рекристалізації (ДР) при кімнатній температурі в міді марки М06 з різною початковою структурою. Ультрадисперсну зеренно-субзеренну структуру, яка характеризується середнім розміром елементу 0.4  $\mu\text{m}$ , було отримано деформацією методом рівноканального кутового пресування (РККП). Рекристалізаційний відпал призвів до крупнокристалічного (КК) стану з середнім розміром зерна 60  $\mu\text{m}$ . При подальшій деформації зсувом під тиском зафіксували подрібнення зерна в КК-міді за механізмом ДР, а в ультрадисперсній – в основному на стадії деформационного зміцнення, яка передує динамічній рекристалізації. В останньому випадку ДР призвела до зменшення коефіцієнта форми зерна і збільшення частки зеренної структури. Зміна стадій структурного стану при

ДР визначається температурно-швидкісними умовами деформації і не залежить від початкової структури міді.

**Ключові слова:** деформація, динамічна рекристалізація, деформаційне зміцнення, мікроструктура

*M.V. Degtyarev, D.K. Pokryshkina, V.I. Kopylov, L.M. Voronova, T.I. Chashchukhina*

## EFFECT OF PRESTRAIN BY EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING ON STRUCTURE EVOLUTION OF COPPER UPON SHEAR UNDER PRESSURE

The development of dynamic recrystallization (DR) at the room temperature in copper M06 of various initial structures was studied. The ultrafine grain-subgrain structure with 0.4  $\mu\text{m}$  average size of the element was obtained by an equal-channel angular pressing (ECAP). The recrystallizing annealing has led to the coarse-grained state with an average grain size of 60  $\mu\text{m}$ . According to the DR mechanism the grain size refinement in the coarse-grained copper was fixed after subsequent deformation by shear under pressure. In the ultrafine copper the grain size refinement occurred at the deformation hardening stage before the dynamic recrystallization stage. In the latter case, DR has resulted in the grain form factor reduction and, at the same time, in the increase of grain structure volume. The changing of stages of the structural state under DR is determined by the temperature and rate of deformation, it does not depend on initial structure of copper.

**Keywords:** deformation, dynamic recrystallization, deformation hardening, microstructure

**Fig. 1.** Microstructure of copper subjected to ECAP across the direction of last shear: *a* – light-field, *b* – dark-field image in the reflex (111) $\gamma$

**Fig. 2.** Hardness of deformed copper:  $\square$  – initial deformed by ECAP,  $\blacktriangle$  – initial coarse-grained

**Fig. 3.** Microstructure of copper subjected to shear under pressure with  $\varphi = 15^\circ$  ( $e = 2$ ,  $\ln Z = 42$ ): *a* – initial coarse-grained copper, *b* – initial deformed by ECAP

**Fig. 4.** Temperature-rate conditions of deformation by shear under pressure: *a* – initial coarse-grained copper, *b* – initial deformed by ECAP. The distance from the sample center, mm:  $\blacklozenge$  – 0.5,  $\triangle$  – 1.0,  $\blacksquare$  – 1.5,  $\circ$  – 2.0,  $\blacktriangle$  – 2.5

**Fig. 5.** Microstructure of copper: *a* – initial deformed by ECAP + shear under pressure with  $\varphi = 180^\circ$  ( $e = 6$ ,  $\ln Z = 40.8$ ); *b* – initial the coarse-grained copper + shear under pressure with 10 revolutions of anvil ( $e = 10.5$ ,  $\ln Z = 37.7$ )

**Fig. 6.** Recrystallization grain size dependence on temperature-rate conditions of deformation:  $\square$  – initial deformed by ECAP,  $\blacktriangle$  – initial coarse-grained