

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СПЛАВОВ МЕДИ

Д.Н. Абдуллина¹, И.В. Хомская¹, В.И. Зельдович¹,
Е.В. Шорохов², **А.Э. Хейфец**¹, К.В. Гаан²

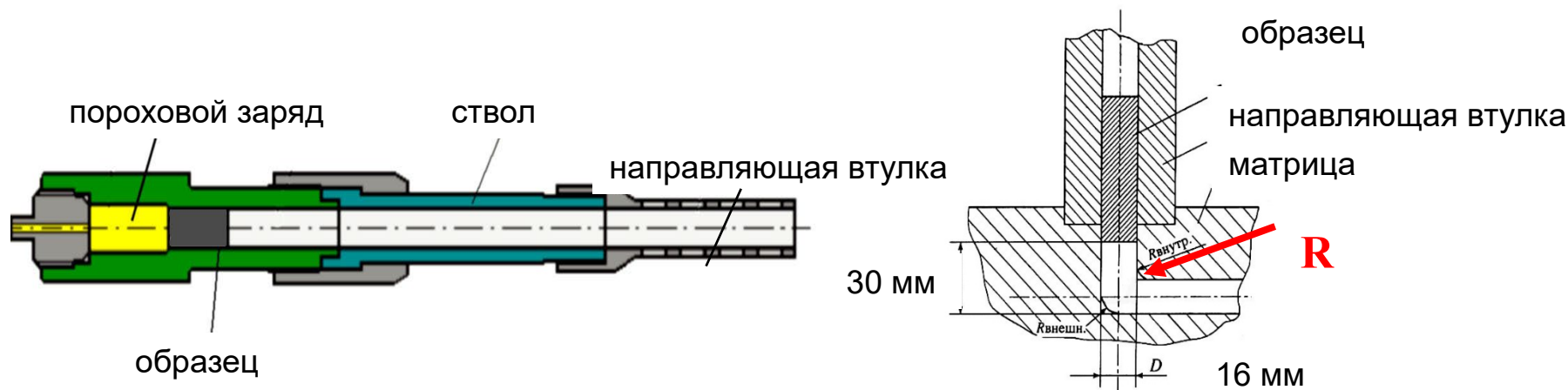


¹ *Институт физики металлов имени М.Н. Михеева
Уральского отделения РАН, Екатеринбург*



² *Российский Федеральный ядерный центр–
ВНИИ технической физики,
имени академика Е.И. Забабахина, Снежинск*

Схема динамического канально-углового прессования (ДКУП)



МАТЕРИАЛ: медь 99,8% (размер зерна 100 мкм); сплавы: Cu-0.09%Cr-0.08%Zr; Cu-0.14%Cr-0.04%Zr; Cu-0.21%Cr-0.20%Zr; Cu-0.06%Zr; Cu-0.03%Zr; Cu-0,1%Cr; Cu-0.22%Cr; (размер зерна 200-400 мкм)

ОБРАЗЦЫ: d=16 мм, длина=65-160 мм;

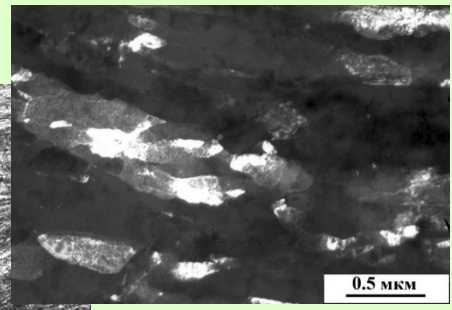
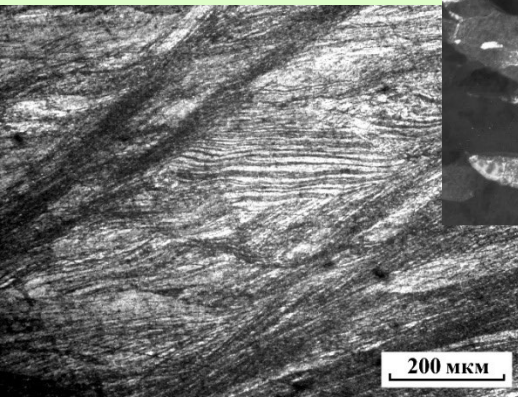
ПАРАМЕТРЫ ДКУП:

- Разгон образца - при помощи порохового заряда.
- Матрицы из 2-х каналов d=16 и 14 мм, пересекающихся под углом 90° (радиус внутреннего угла закругления каналов: **R=0**)
- Начальная скорость образцов (V_0) – 230 м/с.
- Количество проходов (n=1 и n=4)
- Скорость деформации материала 10^4 - 10^5 с⁻¹.
- Длительность одного цикла прессования $5 \cdot 10^{-4}$ с.
- Давление в области угла поворота $\leq 1,5$ -2 ГПа.

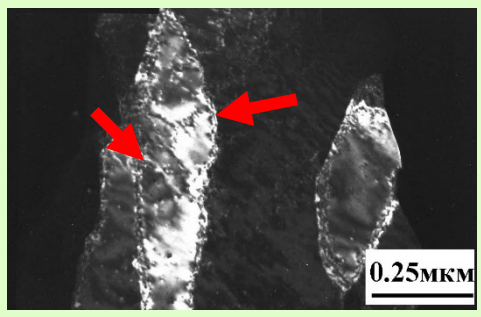
Патент РФ 2006 г. (№ 2283717) «Способ динамической обработки материалов»

авторы: Шорохов Е. В., Жгилев И.Н. (РФЯЦ-ВНИИТФ, Снежинск),
Валиев Р.З. (УГАТУ, Уфа)

Эволюция структуры сплавов Cu-Cr-Zr после ДКУП и отжига



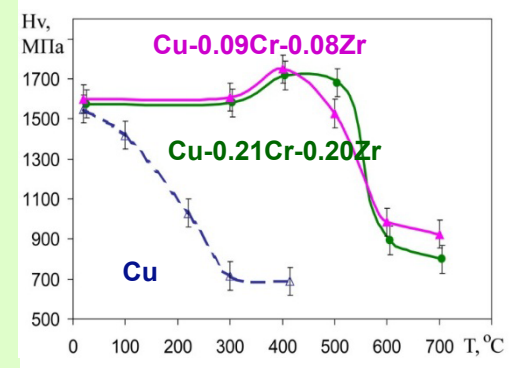
Дисперсные зерна-субзерна (0.2-0.4мкм) внутри волокон



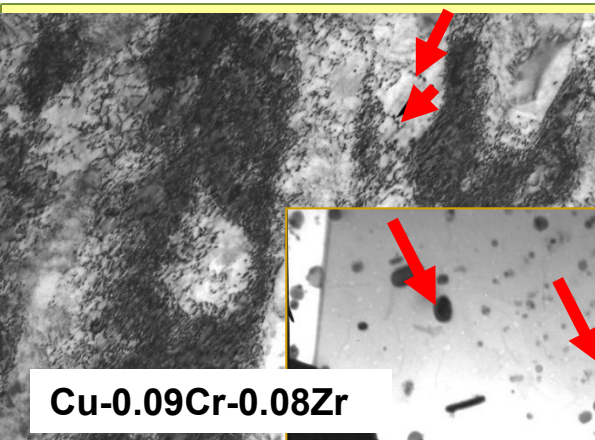
Выделение наноразмерных частиц вторых фаз на границах и внутри субзерен при ДКУП

ДКУП

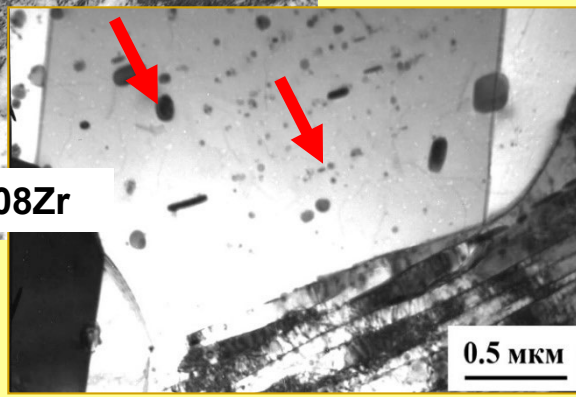
Волокнисто-полосовая структура



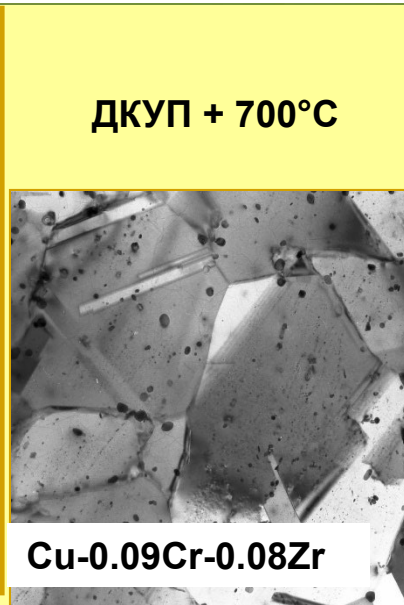
Термическая стабильность сплавов Cu-Cr-Zr после ДКУП



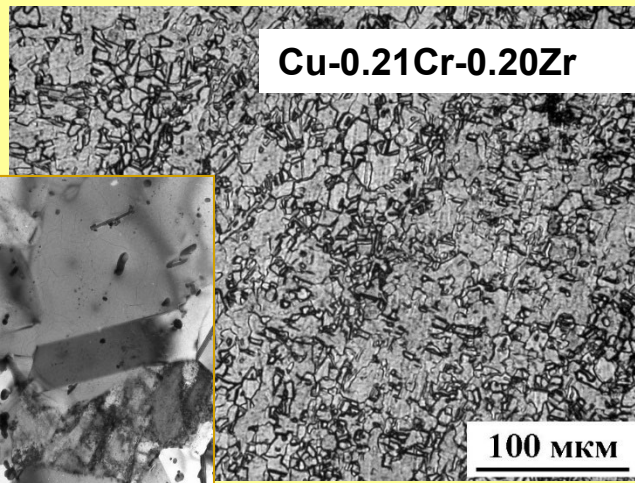
ДКУП + 500°C



ДКУП + 650°C



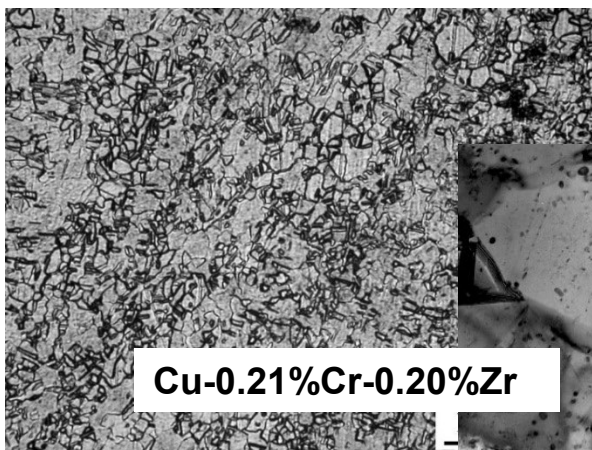
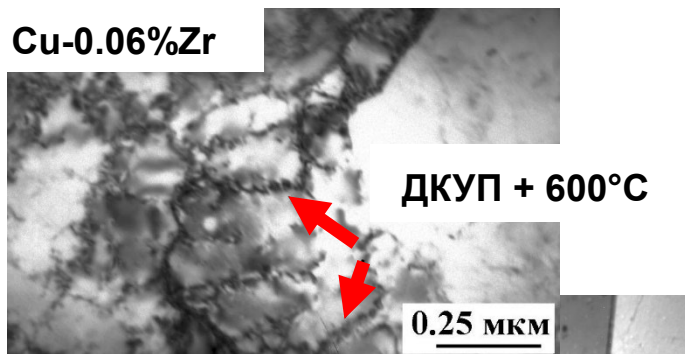
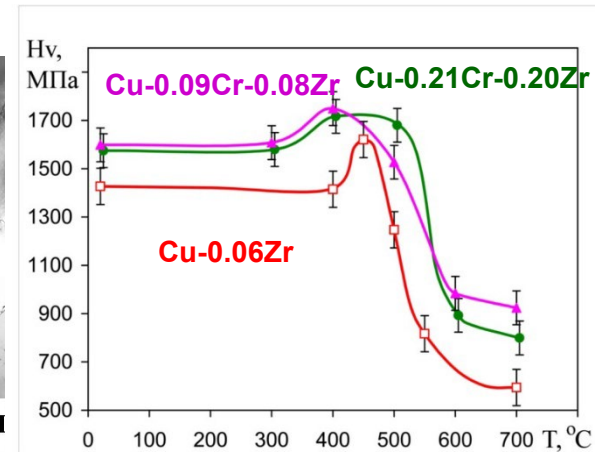
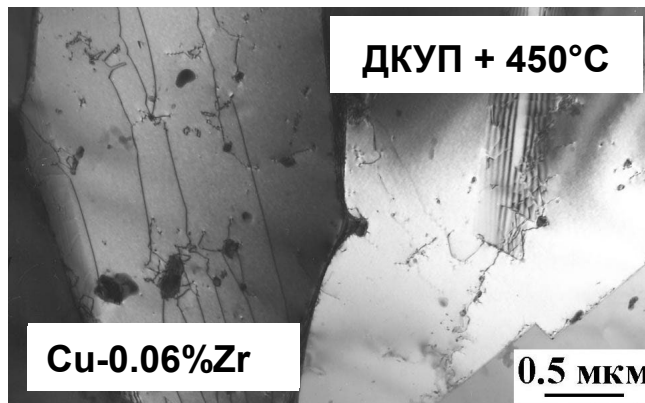
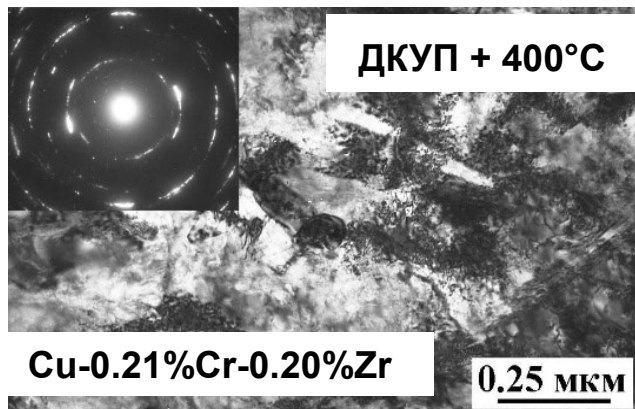
ДКУП + 700°C



Cu-0.21Cr-0.20Zr

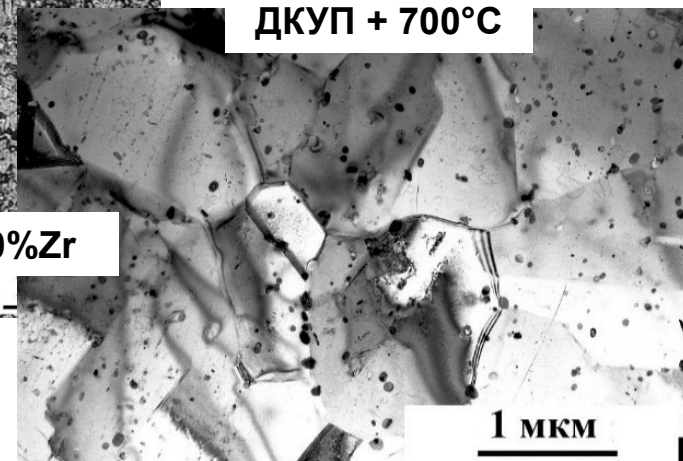
Отжиги при 400 и 450°C, 1ч повышают микротвердость СМК сплавов Cu-Cr-Zr, что связано с процессами распада пересыщенного α-твёрдого раствора меди с выделением наноразмерных частиц Cu₅Zr и Cr. Увеличение температуры отжига до 550-650°C приводит к снижению микротвердости сплавов, что обусловлено развитием процесса рекристаллизации

Структура и микротвердость сплавов после ДКУП и отжига



Термическая стабильность сплавов с СМК структурой, полученной ДКУП

ДКУП + 700°C



Фронт рекристаллизации и цепочки частиц Cr и Cu₅Zr

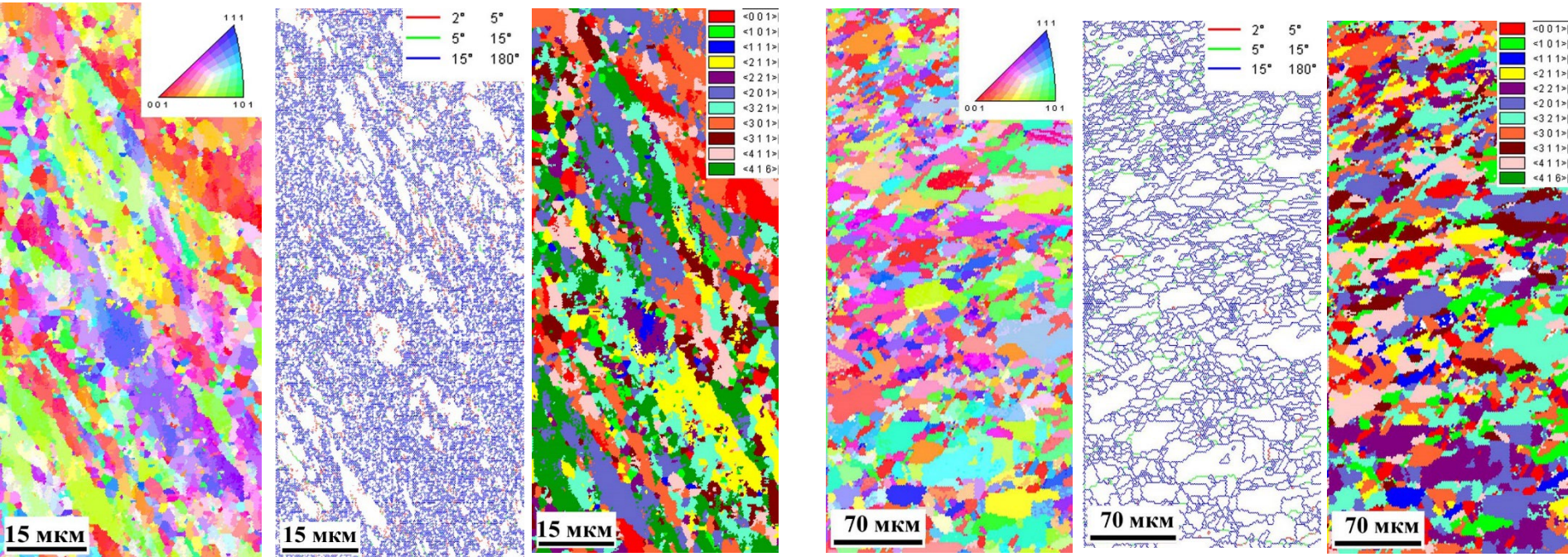
В сплавах Cu-Cr-Zr формируется структура, состоящая из зерен, размером 1-5 мкм, содержащих большое количество чрезвычайно дисперсных частиц фаз Cr и Cu₅Zr, размерами 10-100 нм

Результаты EBSD анализа эволюции структуры сплава Cu-0.21Cr-0.20Zr после высокоскоростной деформации методом ДКУП и отжига

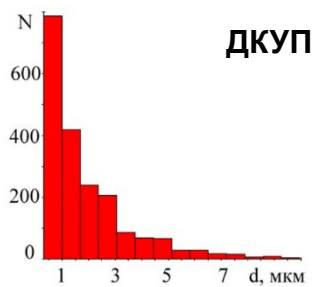


ДКУП

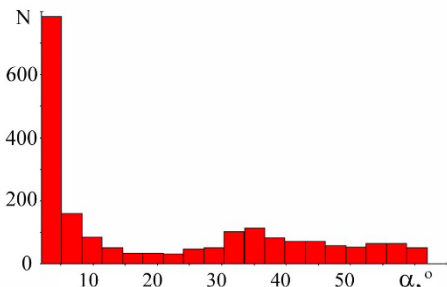
ДКУП + 700°C



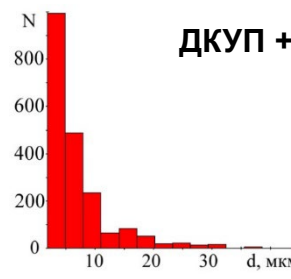
Карты распределения зерен по кристаллографической ориентировке, размерам и типу границ



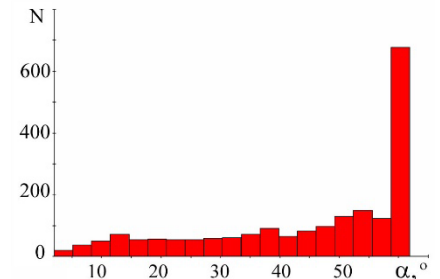
по размеру



по типу границ



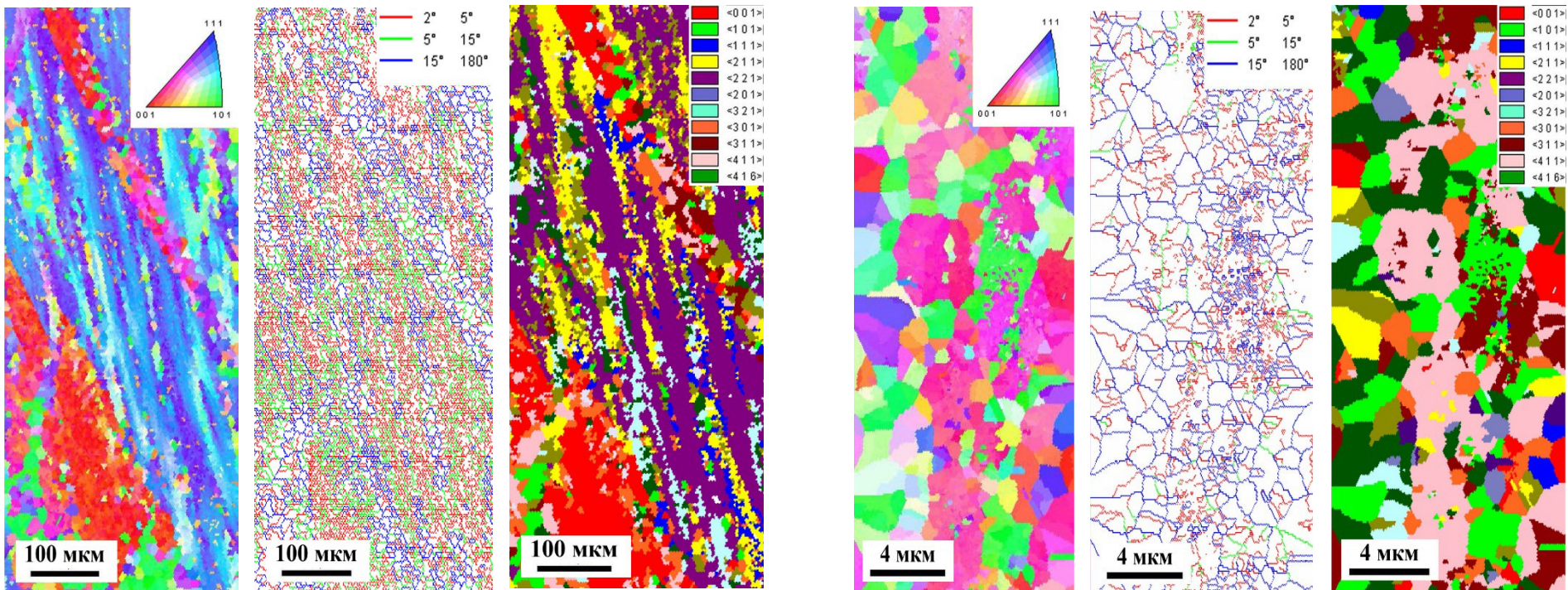
по размеру



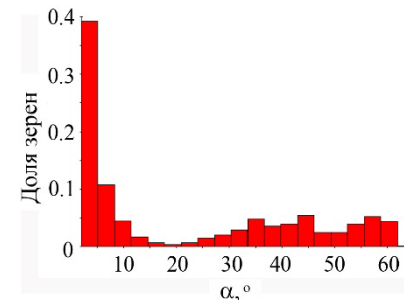
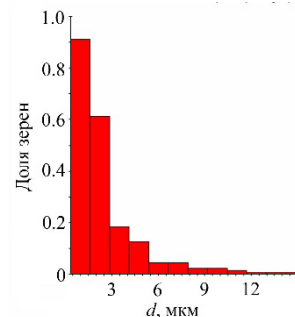
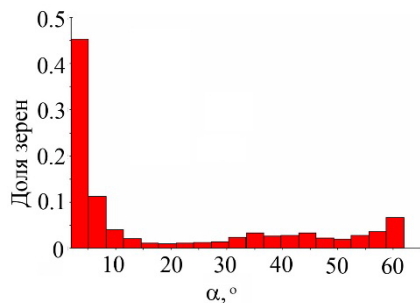
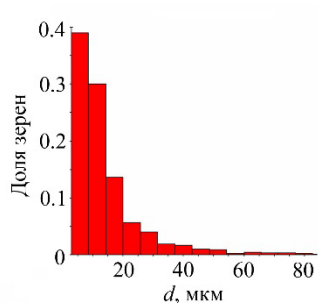
по типу границ

Гистограммы распределения зерен

Результаты EBSD анализа сплава Cu-0.1%Cr с СМК структурой, полученной методом ДКУП



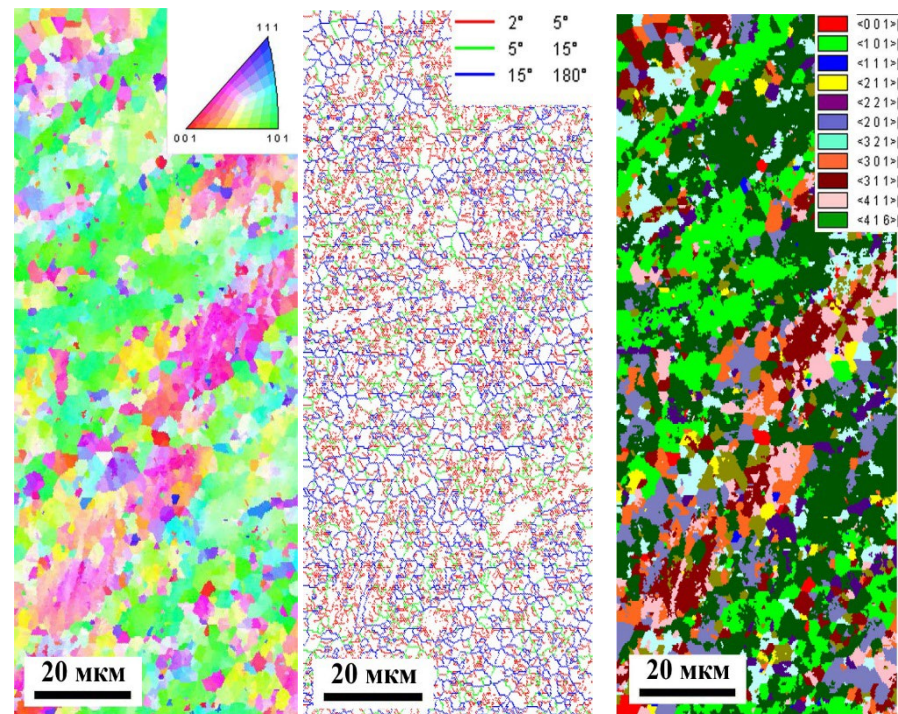
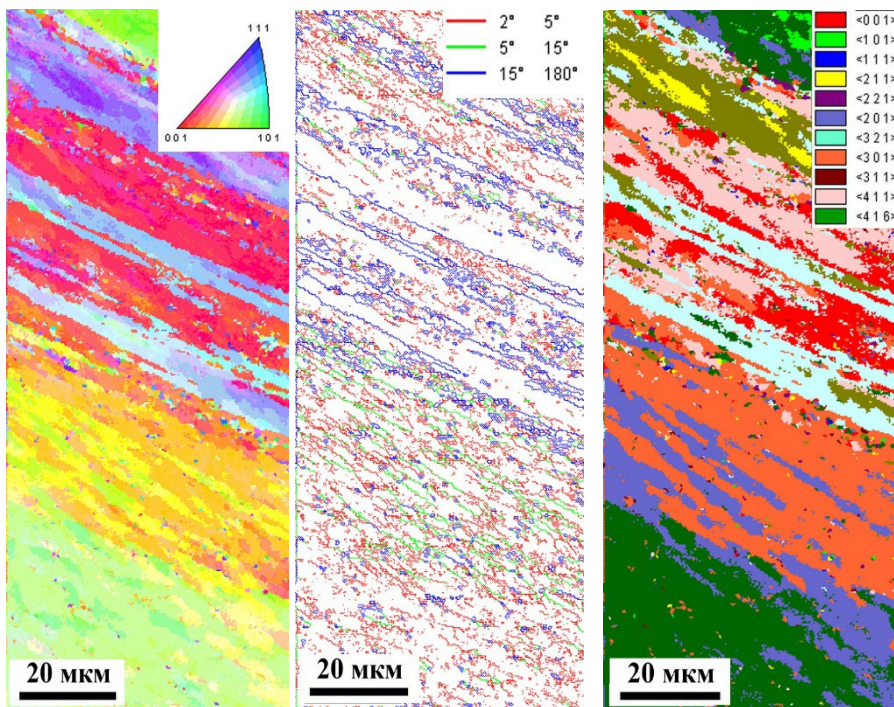
Карты распределения зерен по кристаллографической ориентировке, типу границ и размерам



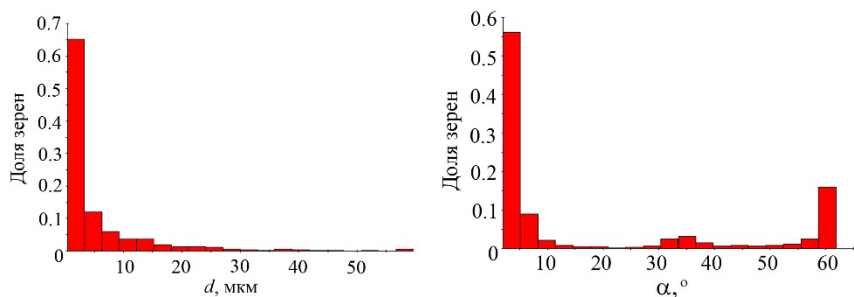
Гистограммы распределения зерен по размерам и типу границ, ДКУП, 1 проход

Гистограммы распределения зерен по размерам и по типу границ, ДКУП, 3 прохода

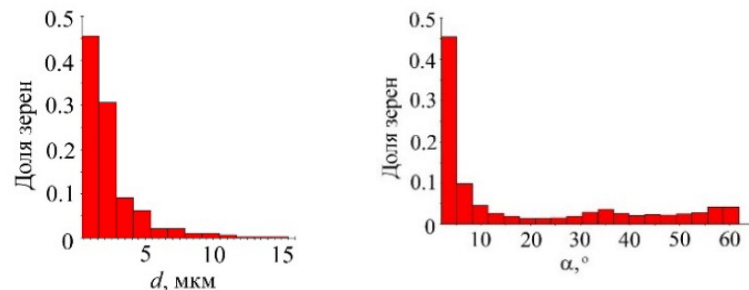
Результаты EBSD анализа сплава Cu-0.03%Zr с СМК структурой, полученной методом ДКУП



Карты распределения зерен по кристаллографической ориентировке, типу границ и размерам



Гистограммы распределения зерен по размерам и типу границ, ДКУП, 1 проход



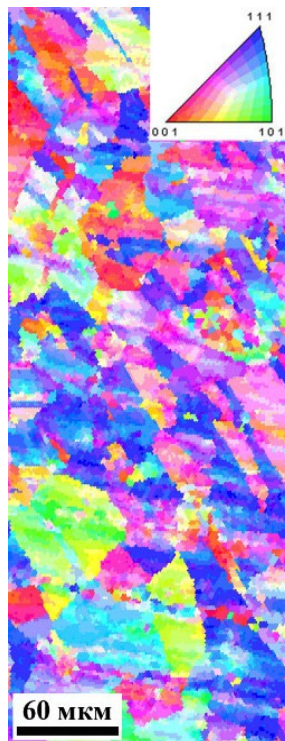
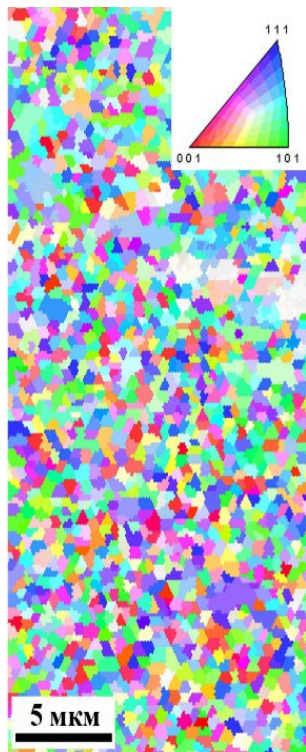
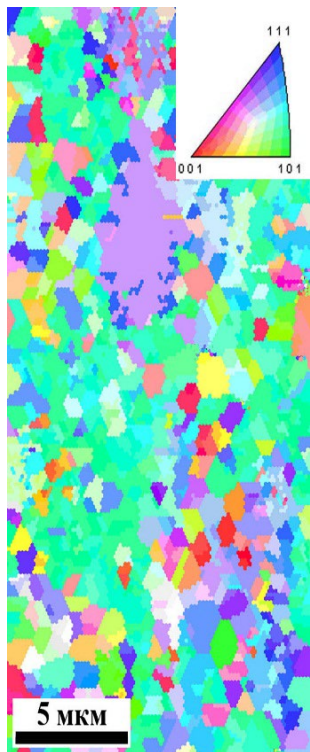
Гистограммы распределения зерен по размерам и по типу границ, ДКУП, 3 прохода

Эволюция структуры и изменение микротвердости сплава Cu-0.03%Zr после ДКУП и последующих отжигов

ДКУП, n=3

ДКУП+ 450°C

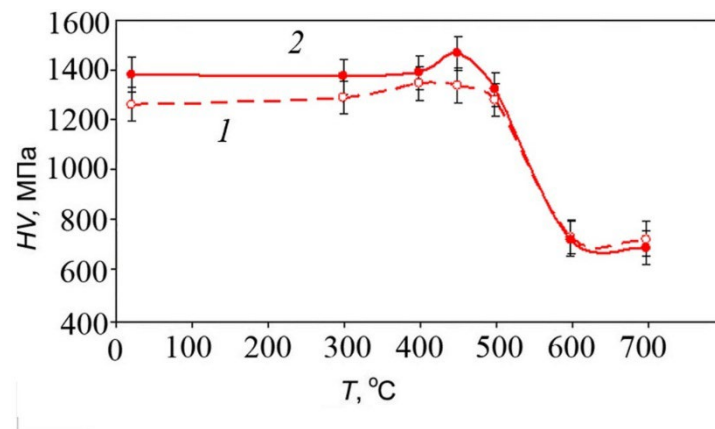
ДКУП +700°C



Изменение микротвердости сплава Cu-0.03%Zr с СМК структурой, полученной методом ДКУП, от температуры отжига.

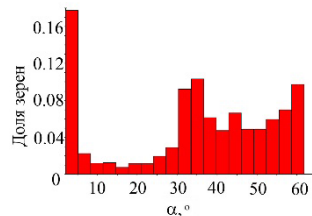
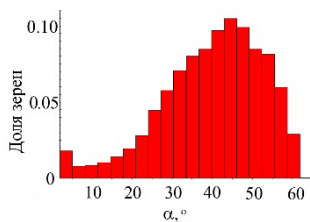
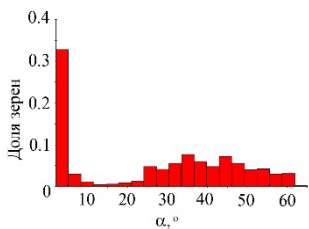
1 – ДКУП, n=1

2 – ДКУП, n=3



Отжиги при 400 (450°C) повышают микротвердость сплава с СМК структурой, полученной методом ДКУП, что связано с процессами распада пересыщенного α -твердого раствора меди, сопровождающимся выделением наноразмерных частиц Cu_5Zr

Увеличение температуры отжига до 500-600°C приводит к снижению микротвердости, что обусловлено развитием процесса рекристаллизации



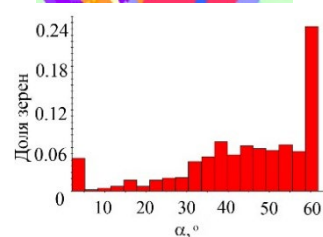
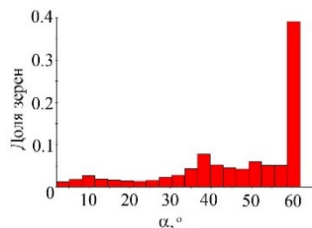
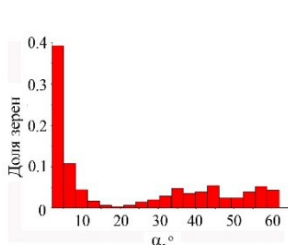
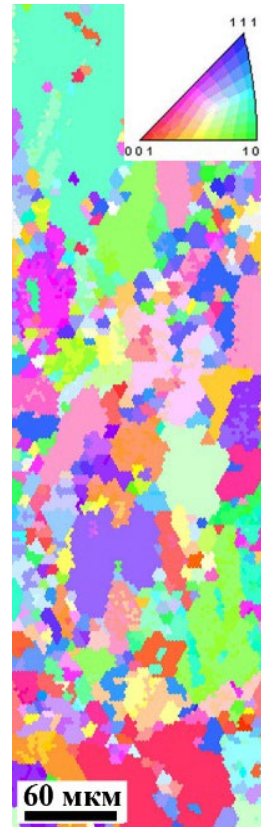
Гистограммы распределения зерен по типу границ

Эволюция структуры и изменение микротвердости сплава Cu-0.1%Cr после высокоскоростного ДКУП и последующих отжигов

ДКУП, n=3

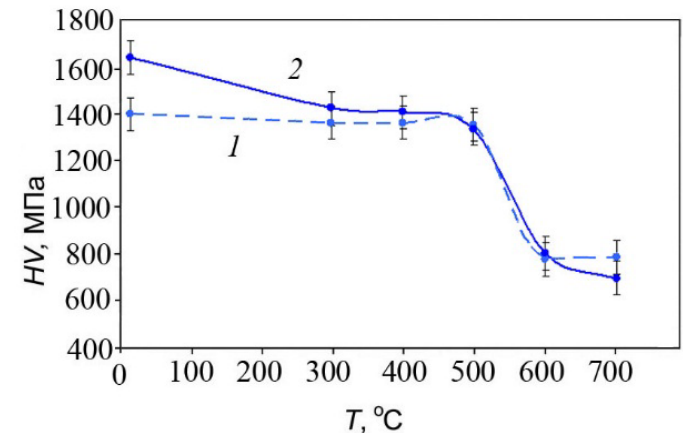
ДКУП+ 450°C

ДКУП +700°C



Гистограммы распределения зерен по типу границ

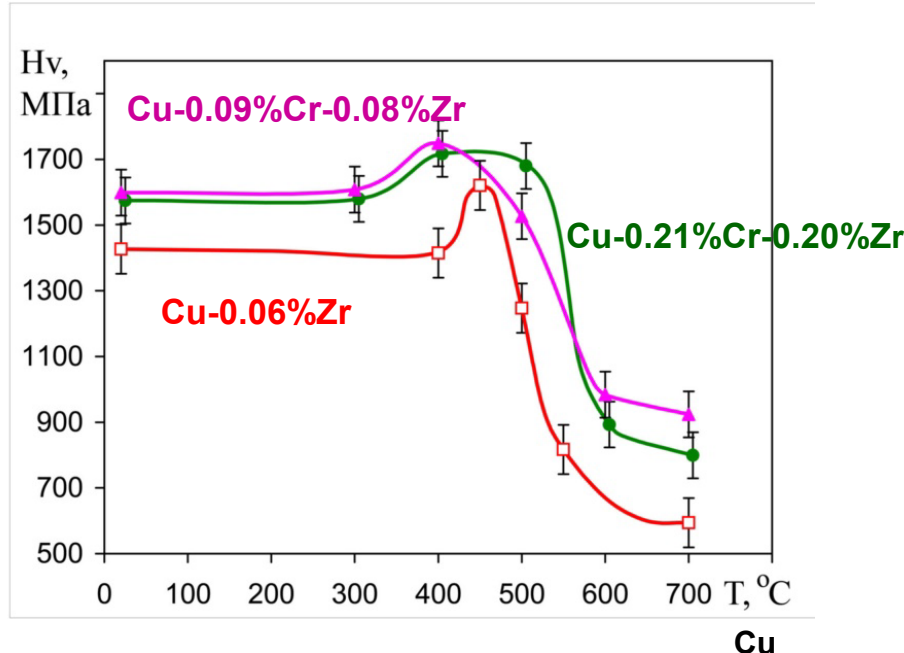
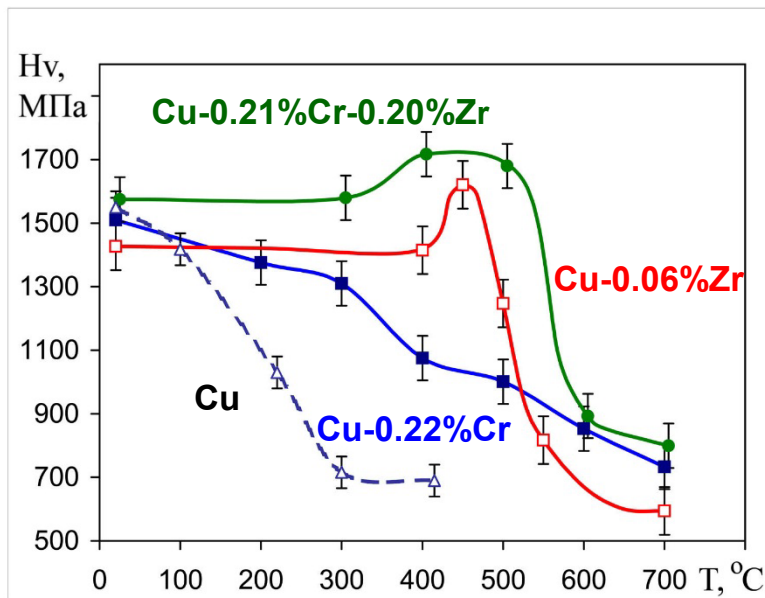
Изменение микротвердости сплава Cu-0.1%Cr с СМК структурой, полученной методом ДКУП, от температуры отжига. 1 – ДКУП, n=1; 2 – ДКУП, n=3



Отжиги при 300 - 500°C несколько понижают микротвердость сплава с СМК структурой, полученной методом ДКУП, что связано с действием конкурирующих процессов распада пересыщенного α -твердого раствора меди, сопровождающимся выделением наноразмерных частиц Cr и рекристаллизации.

Увеличение температуры отжига до 550-700°C приводит к снижению микротвердости, что обусловлено развитием процесса рекристаллизации

Термическая стабильность сплавов Cu-Cr, Cu-Zr, Cu-Cr-Zr, подвергнутых высокоскоростному ДКУП

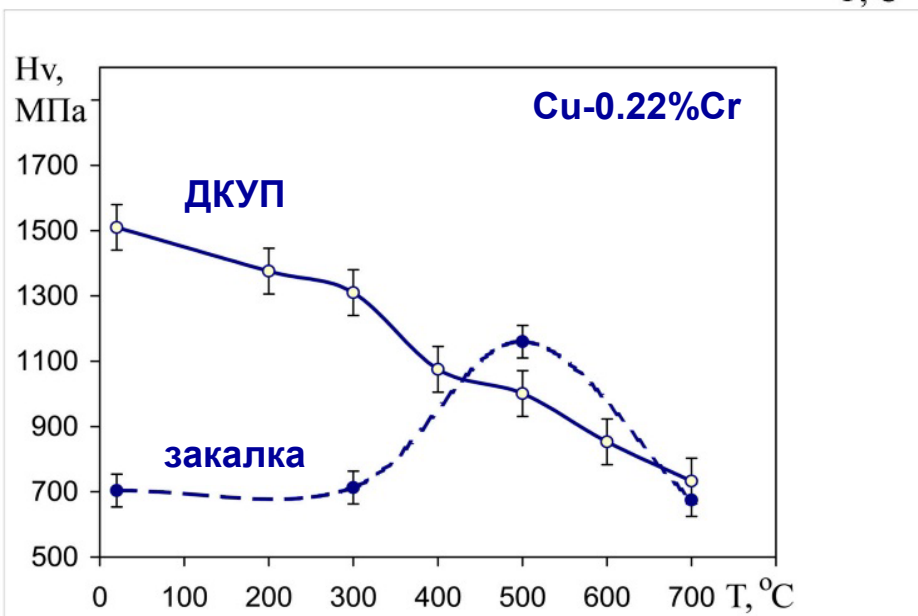
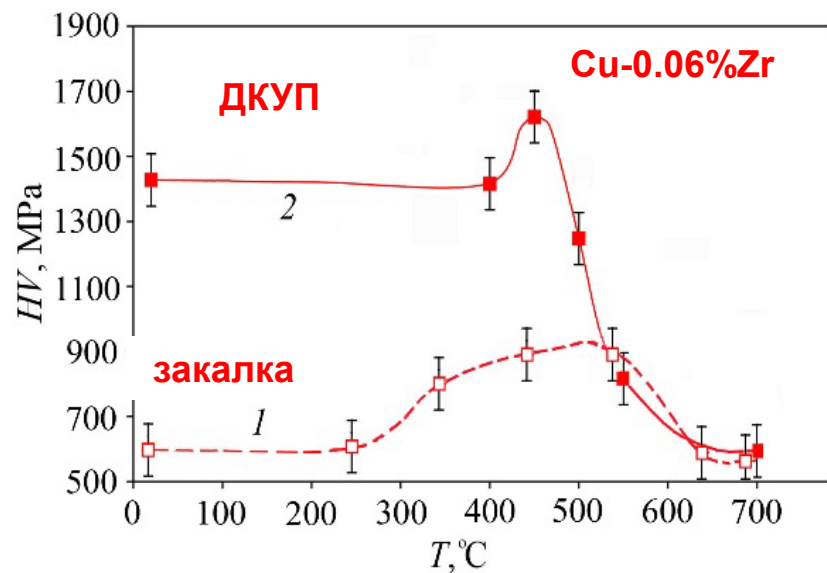
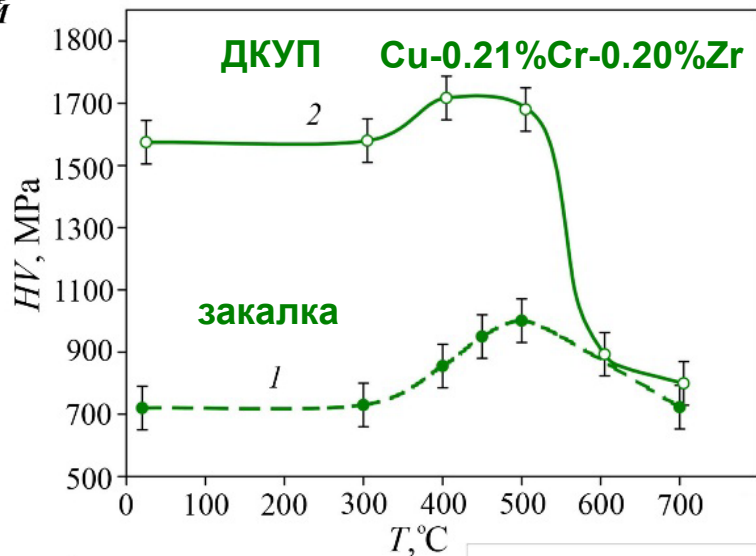


| Сплав, содержание легирующих элементов, % | Микротвердость Hv, МПа | | | | | | <u>maxΔHv,</u> <u>МПа</u> |
|--|------------------------|------|----------------------|-----------|------|---------|------------------------------|
| | закалка | ДКУП | отжиг (старение), °C | | | | |
| | | | 300 | 400/450 | 500 | 600/700 | |
| Cu-0.09Cr-0.08Zr | 670 | 1600 | 1600 | 1750 | 1530 | 990/920 | 1080 |
| Cu-0.21Cr-0.20Zr | 680 | 1590 | 1590 | 1720 | 1690 | 890/800 | 1040 |
| Cu-0.06Zr | 600 | 1430 | 1430 | 1430/1630 | 1250 | 680/600 | 1030 |
| Cu-0.22Cr | 680 | 1530 | 1310 | 1080 | 1000 | 850/730 | 850 |

Отжиги при 400 (450°C) повышают микротвердость сплавов меди с СМК структурой, полученной методом ДКУП, что связано с процессами распада пересыщенного α-твердого раствора меди, сопровождающимся выделением наноразмерных частиц вторых фаз.

Увеличение температуры отжига до 500-600°C приводит к снижению микротвердости, что обусловлено развитием процесса рекристаллизации

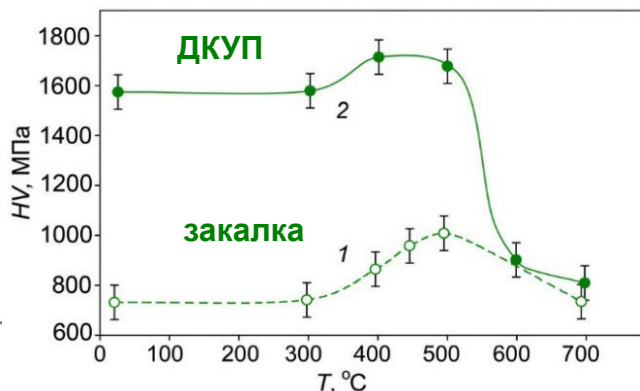
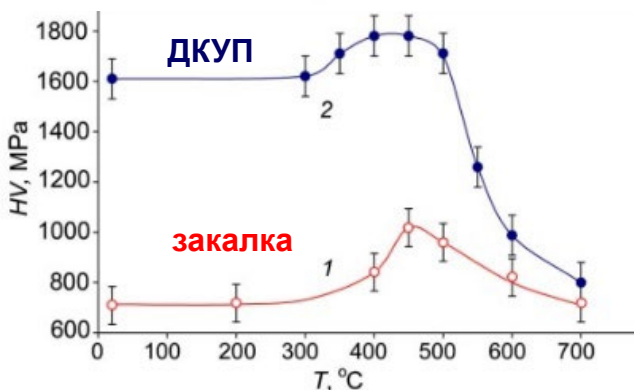
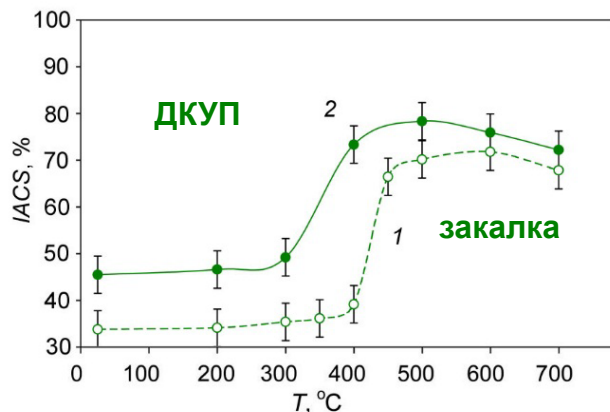
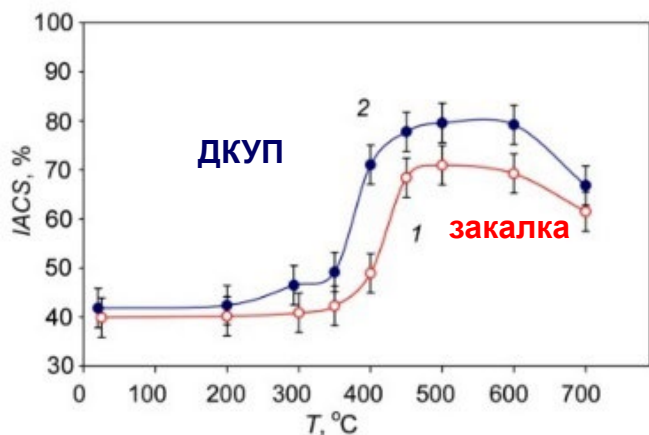
Изменение микротвердости сплавов Cu-Cr, Cu-Zr, Cu-Cr-Zr в исходном закаленном КК состоянии и после высокоскоростного ДКУП при нагреве



Свойства низколегированных сплавов Cu-Cr-Zr после закалки, ДКУП и старения



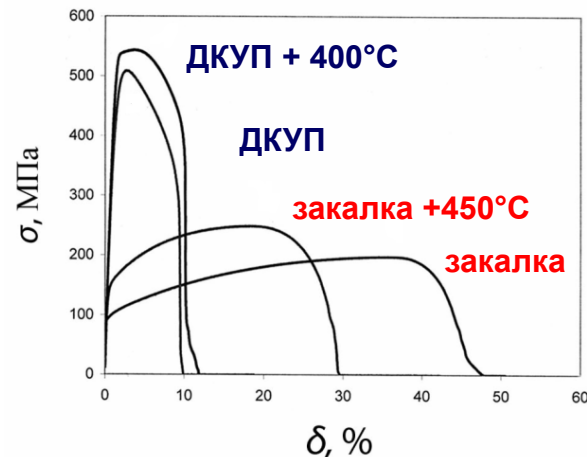
Зависимость микротвердости и электропроводности от температуры старения



Cu-0.14%Cr-0.04%Zr

Cu-0.21%Cr-0.20%Zr

Диаграммы растяжения образцов после различных обработок



| Режимы обработки | $\sigma_{0.2}$, МПа | σ_B , МПа | δ , % |
|--------------------|----------------------|------------------|--------------|
| закалка от 1000°C | 94 | 196 | 37 |
| закалка+ДКУП, n=4; | 312 | 507 | 10 |
| ДКУП + 400°C, 1 ч. | 464 | 542 | 10 |
| ДКУП + 400°C, 4 ч. | 464 | 536 | 13 |
| ДКУП + 450°C, 1 ч. | 477 | 520 | 11 |

За счет обработки: **ДКУП +400°C** можно повысить HV в 2.5 раза, электропроводность до 80% IACS и прочностные свойства сплавов в 2.8–5.0 раза, по сравнению с КК состоянием при сохранении удовлетворительной пластичности. Повышенный по сравнению с медью уровень механических свойств сплавов связан с дополнительным упрочнением обусловленным выделением наноразмерных (5-10 нм) частиц Cu_5Zr и Cr в процессе ДКУП и старения

Интенсивная пластическая деформация трением скольжения

Решение проблемы дальнейшего существенного повышения трибологических и служебных свойств конструкционных и функциональных СМК материалов может быть связано с созданием НК структур в тонком (10 мкм) поверхностном слое методом ИПД трением скольжения. То есть фрикционное воздействие можно рассматривать в качестве одного из эффективных и относительно простых способов создания в металлах и сплавах НК состояния с высокими прочностными и эксплуатационными свойствами. Поэтому представляло интерес изучить влияние предварительной деформации ДКУП и температуры старения на эволюцию структуры, упрочнение и износостойкость низколегированного электротехнического сплава Cu-Cr-Zr.

Трибологические испытания образцов сплава Cu-0.09Cr-0.08 Zr с СМК структурой, полученной ДКУП и ДКУП и старением при 400-700°C проводились г.н.с. ,д.т.н. Л.Г. Коршуновым в условиях трения скольжения по схеме – пластина (образец) - цилиндрический индентор (контртело) из твердого сплава ВК-8 диаметром 4 мм, высотой 4 мм на экспериментальной установке изготовленной на базе поперечно-строгального станка типа 7А33.

Фрикционное деформирование осуществлялось в воздушной среде без смазки при нагрузке 196 Н и скорости скольжения 0,014 м/с; число циклов (двойных ходов индентора) -1000, путь трения – 900см. Предварительно рабочая поверхность образца полировалась, индентора- шлифовалась.

В процессе истирания непрерывно измеряли силу трения. Коэффициент трения (f) определяли как отношение средних (за время испытания) интегральных значений силы трения к нормальной нагрузке

$$f = F/N,$$

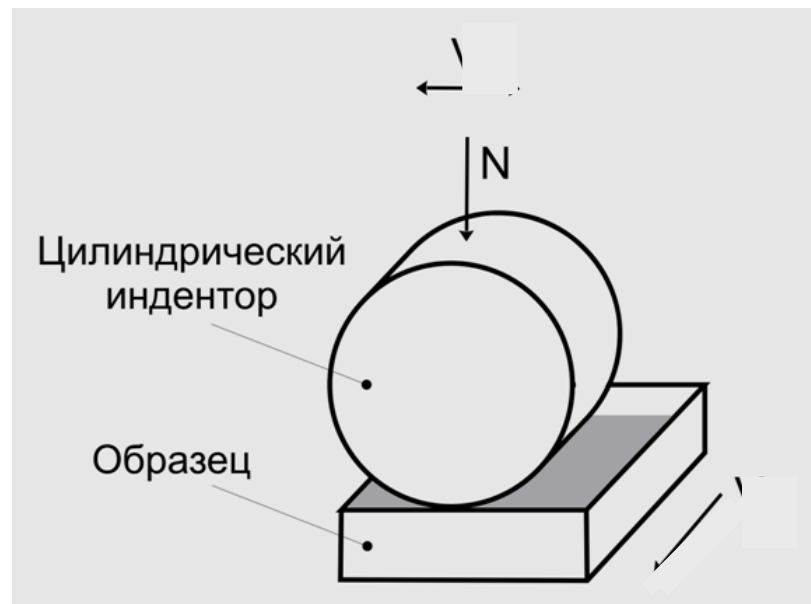
где F - сила трения; N – нагрузка.

Погрешность измерений f составляла $\pm 5\%$.

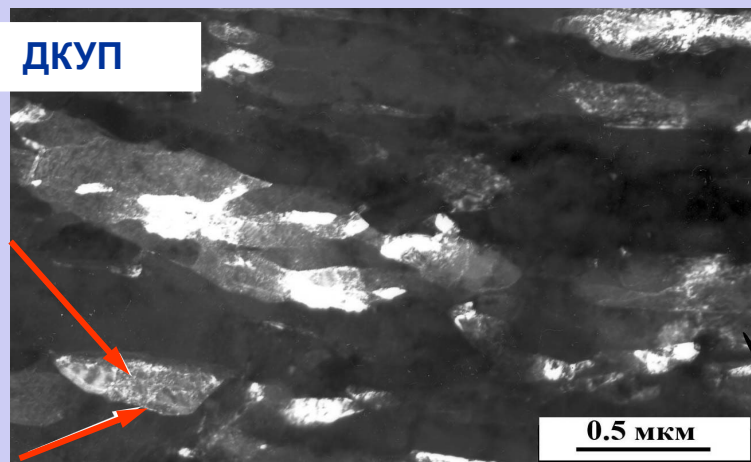
Интенсивность изнашивания (Ih) рассчитывали по формуле:

$$Ih = \frac{\Delta Q}{\rho \cdot l \cdot s}$$

где ΔQ – потеря массы образца, ρ – плотность, s – геометрическая площадь контакта, l – путь трения.

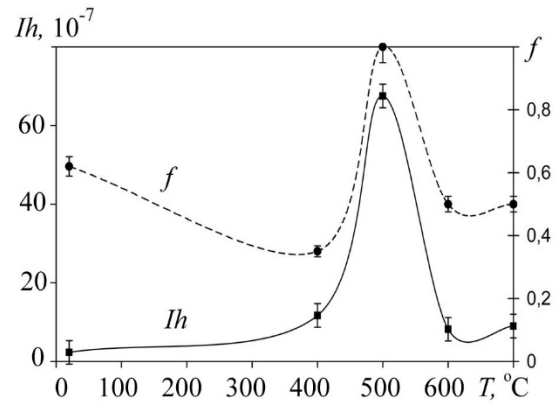
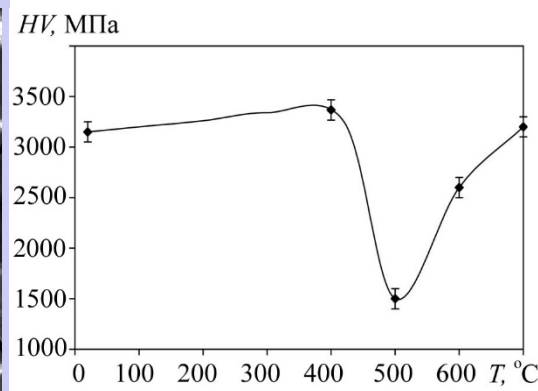


Трибологические свойства сплава Cu-0.09Cr-0.08Zr после различных обработок



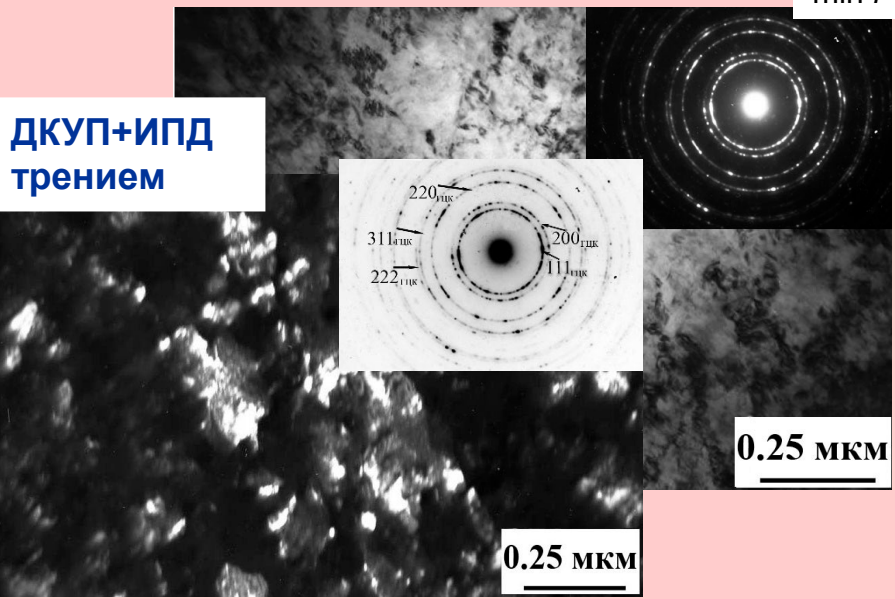
ДКУП

СМК структура, размер 200-400 нм;
HV=1600 МПа ($f=0,50$)



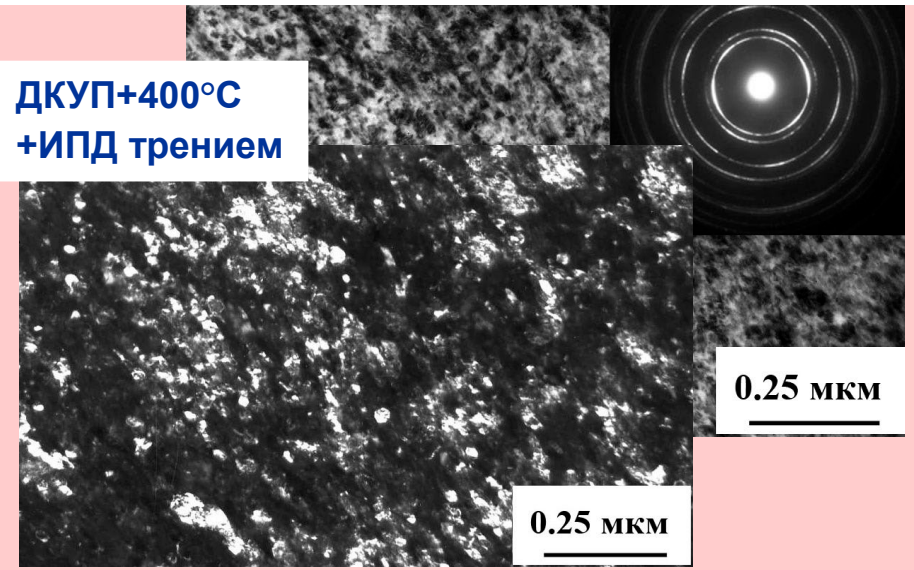
Значения интенсивности изнашивания (Ih) и коэффициент трения (f) образцов с исходной КК структурой составляли $3,1 \cdot 10^{-7}$ и $0,5$.

Ih СМК структуры, полученной ДКУП, - $2,3 \cdot 10^{-7}$, что в 1,4 раза меньше, чем Ih КК состояния, а f увеличивается до $0,62$. Max HV=3350 МПа и min $f=0,35$ получены в образцах после ДКУП+400°C.



ДКУП+ИПД трением

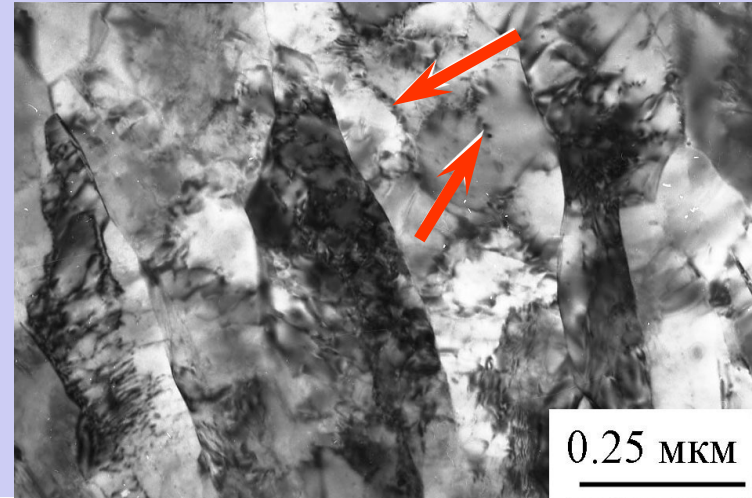
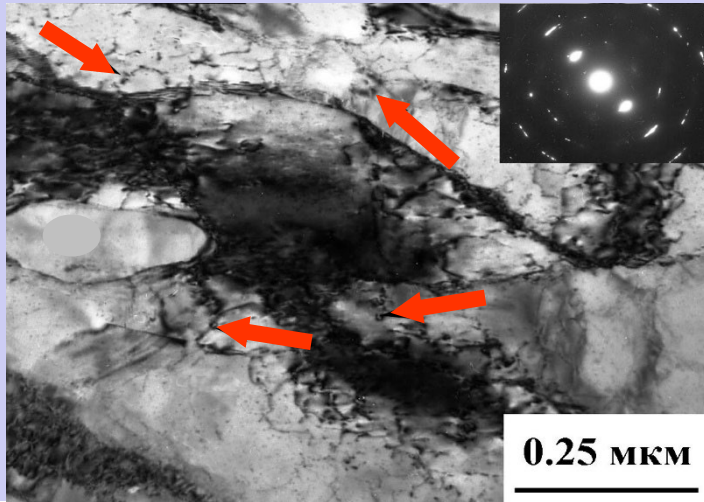
НК структура, размер кристаллитов 40-50 нм;
HV=3200 МПа ($f=0,62$)



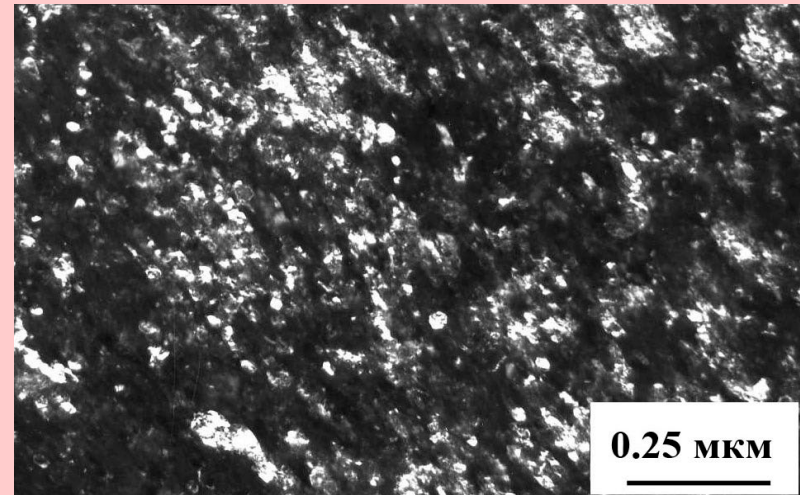
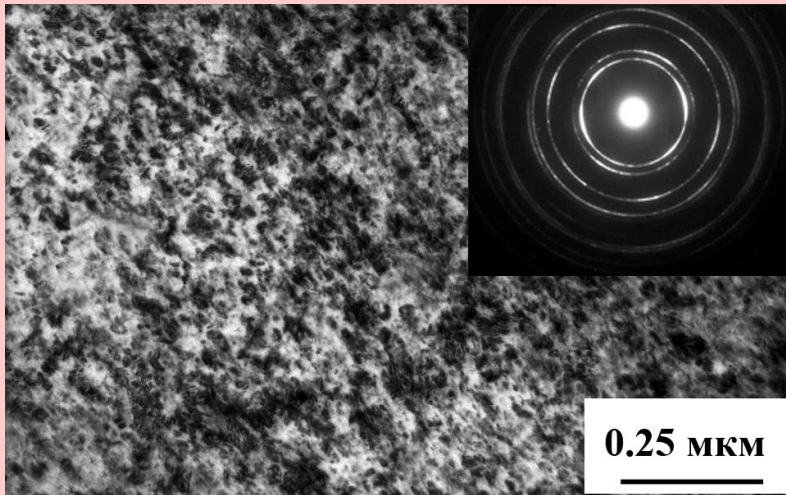
ДКУП+400°C +ИПД трением

НК структура, размер кристаллитов 15-30 нм;
HV=3350 МПа, ($f=0,35$)

Эволюция структуры сплава $\text{Cu-0,09\%Cr-0,08\%Zr}$ после различных обработок

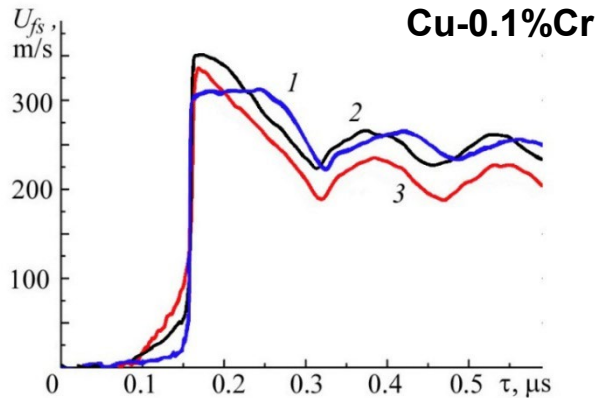


СМК структура, полученная ДКУП+старение при 400°C , 200-400 нм, $\text{HV}=1750$ МПа

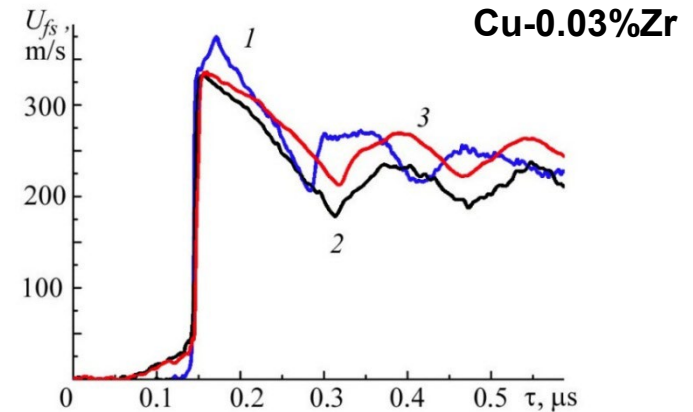


НК структура, полученная ДКУП+ 400°C +ИПД трением; 15-30 нм; $\text{HV}=3350$ МПа

Динамические свойства сплавов Cu-0.1%Cr и Cu-0.03%Zr в исходном КК состоянии и после ДКУП



1–КК структура,
200-400 мкм
2–МК, 1-5 мкм
(ДКУП, n=1)
3–СМК, 0.2-0.5
мкм (ДКУП, n=3)



Профили скорости свободной поверхности образцов с различными кристаллическими структурами

| Материал | Структура, размер зерна, обработка | σ_{HEL} , ГПа | γ , ГПа | σ_{sp} , ГПа |
|-----------|------------------------------------|----------------------|----------------|---------------------|
| Cu-0.03Zr | КК 200-400 мкм (закалка 1000°C) | 0.22 | 0.11 | 3.22 |
| | МК 1-5 мкм (ДКУП, n=1) | 0.41 | 0.18 | 2.90 |
| | СМК 0.2-0.5 мкм (ДКУП, n=3) | 0.42 | 0.20 | 2.31 |
| Cu-0.1Cr | КК 200-400 мкм (закалка 1000°C) | 0.19 | 0.12 | 1.90 |
| | МК 1-5 мкм (ДКУП, n=1) | 0.54 | 0.21 | 2.40 |
| | СМК 0.2-0.5 мкм (ДКУП, n=3) | 0.70 | 0.31 | 2.76 |

Определено, что ДКУП сплавов, приводящее к измельчению кристаллитов от 200–400 до 1–5 и (0.2–0.5) мкм увеличивает σ_{HEL} и γ в 1.9–3.7 раза, по сравнению с исходным КК состоянием. Диспергирование структуры сплава Cu–0.1Cr до СМК состояния увеличивает в 1.5 раза откольную прочность, по сравнению с исходным КК состоянием. Повышенный уровень динамических свойств сплавов, по сравнению с медью, связан с дополнительным упрочнением, обусловленным выделением наночастиц Cr и Cu₅Zr на границах и внутри зерен в процессе ДКУП

ВЫВОДЫ

Изучено влияние высокоскоростной деформации методом динамического канально-углового прессования (ДКУП) и последующего отжига на эволюцию структуры и свойств экономно-легированных дисперсионно-твердеющих сплавов Cu-Cr-Zr, Cu-Zr и Cu-Cr.

- Определено, что легирование меди микродобавками хрома (0.09-0.22 мас. %) и циркония (0.03-0.08 мас. %) приводит к смене механизма формирования субмикроструктурной (СМК) структуры и релаксации упругой энергии при ДКУП: циклический характер структурообразования, характерный для Cu, обусловленный чередованием высокоскоростных процессов фрагментации и динамической рекристаллизации, сменяется процессами фрагментации и частичного деформационного старения с выделением наноразмерных частиц вторых фаз.
- На примере сплавов Cu-Zr и Cu-Cr-Zr с СМК структурой, полученной высокоскоростной деформацией методом ДКУП, показана определяющая роль легирования микродобавками (0.03-0.08%) Zr в повышении термической стабильности сплавов при нагреве до 450-500°C, что обусловлено выделением наночастиц (5нм) Cu_5Zr на дислокациях и субграницах, способствующих их закреплению и уменьшению подвижности.

- Установлен температурно-временной режим отжига (старения) сплавов Cu-Cr-Zr с СМК структурой, полученной методом ДКУП, для повышения механических свойств и электропроводности. В частности, для СМК сплава Cu-0.14Cr-0.04Zr, показано, что оптимальное сочетание микротвердости ($HV=1880$ МПа), электропроводности (80% IACS), прочности ($\sigma_{0.2}=464$ МПа, $\sigma_{в}=542$ МПа) и пластичности ($\delta=11$ %), было получено при обработке, включающей ДКУП и отжиг при 400°C , 1 ч. Повышенный по сравнению медью уровень механических свойств сплавов связан с дополнительным упрочнением, обусловленным выделением наноразмерных (5-10 нм) частиц Cu_5Zr и Cr в процессе ДКУП и старения. Показано, что существенное снижение концентрации легирующих элементов Cr (от 0.21 до 0.14%) и Zr (от 0.20 до 0.04%) не приводит к понижению прочностных свойств и электропроводности Cu-Cr-Zr сплавов.
- Показано, что экономно-легированные сплавы Cu-Cr-Zr обладают высокой способностью к упрочнению методами ДКУП и ИПД трением скольжения. На примере сплава Cu-0.09Cr-0.08Zr определено, что интенсивность изнашивания образцов с СМК структурой, полученной при ДКУП, понижается в 1.4 раза по сравнению с КК состоянием. Установлено, что комбинированная обработка по схеме ДКУП + отжиг при 400°C + ИПД трением приводит к формированию в материале поверхностного слоя НК структуры трения с размером кристаллитов 15–30 нм, что обеспечивает высокий уровень микротвердости (3350 МПа) и низкое значение коэффициента трения (0.35).
- Установлено, что сплавы Cu-Zr и Cu-Cr с СМК структурой, полученной ДКУП, при скорости деформирования $(0.9-2.0) \cdot 10^5 \text{ c}^{-1}$ демонстрируют увеличение динамического предела упругости и динамического предела текучести в 1.8-4.0 раза по сравнению с исходным КК состоянием. Это обусловлено специфическими неравновесными состояниями, сформированными в сплавах при ДКУП. Определено, что диспергирование структуры до 0.2-0.5 мкм увеличивает в 1.5 раза откольную прочность сплава Cu-Cr.