СВОЙСТВА СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ МЕДИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ДКУП

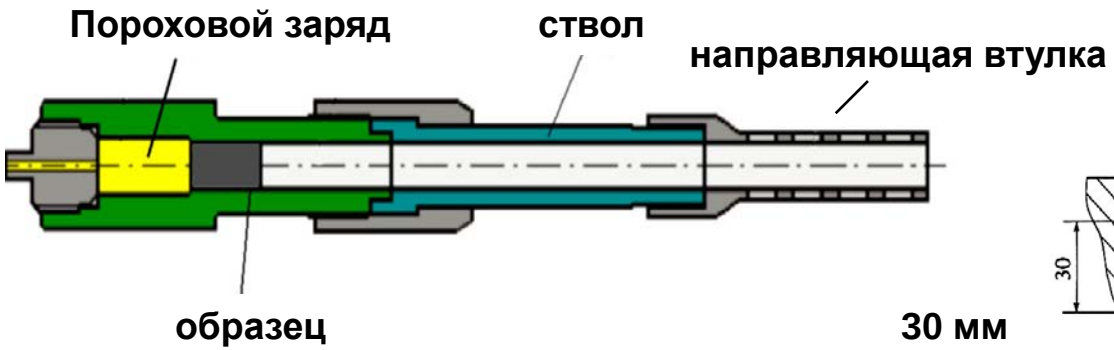
И.В. Хомская[1], В.И. Зельдович[1], Е.В. Шорохов[2], С.В. Разоренов[2], Н.Ю. Фролова[1], А.Э. Хейфец[1], Д.Н. Абдуллина[1]

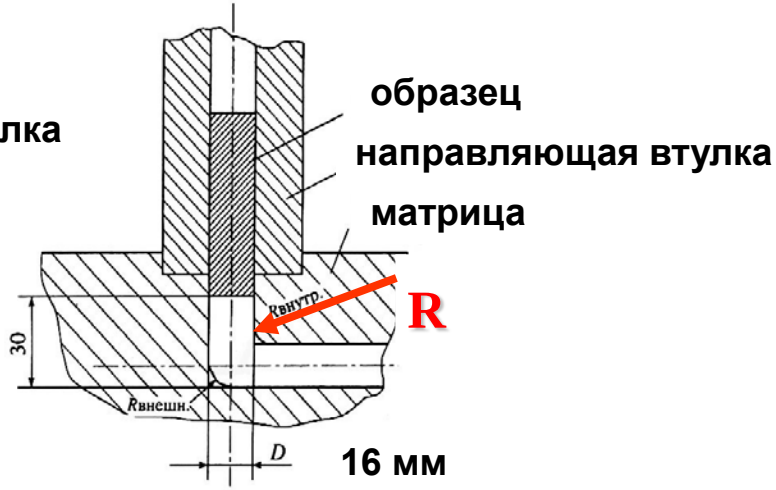
[1]Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург

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

[3] Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка

Схема динамического канально-углового прессования (ДКУП)





МАТЕРИАЛЫ: экономно-легированные дисперсионно-твердеющие сплавы Cu-0,03%Zr; Cu-0,06%Zr; Cu-0,1%Cr; Cu-0,2%Cr; Cu-0,08%Cr-0,09%Zr и Cu-0,14%Cr-0,04%Zr (исходный размер зерна 200-400 мкм; *HV*=600-680 МПа);

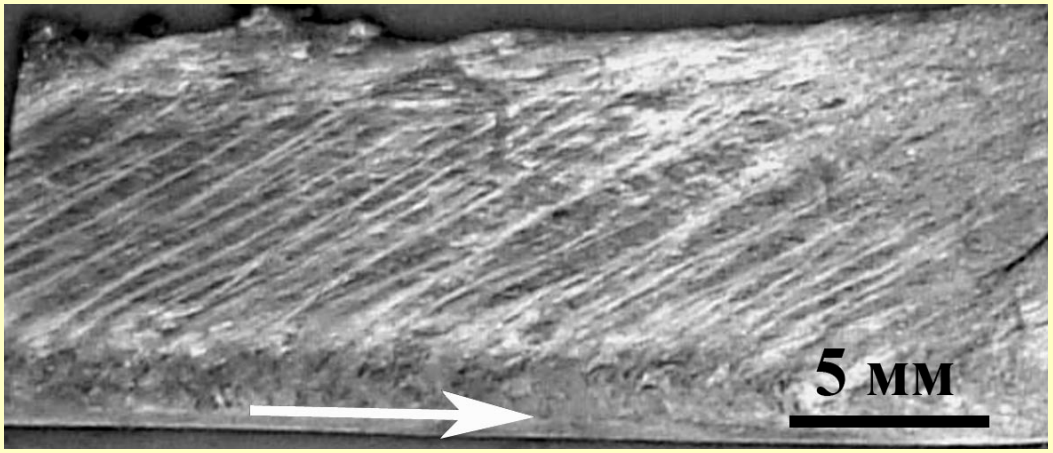
ОБРАЗЦЫ: d=16 мм, длина=65 -160 мм;

ПАРАМЕТРЫ ДКУП:

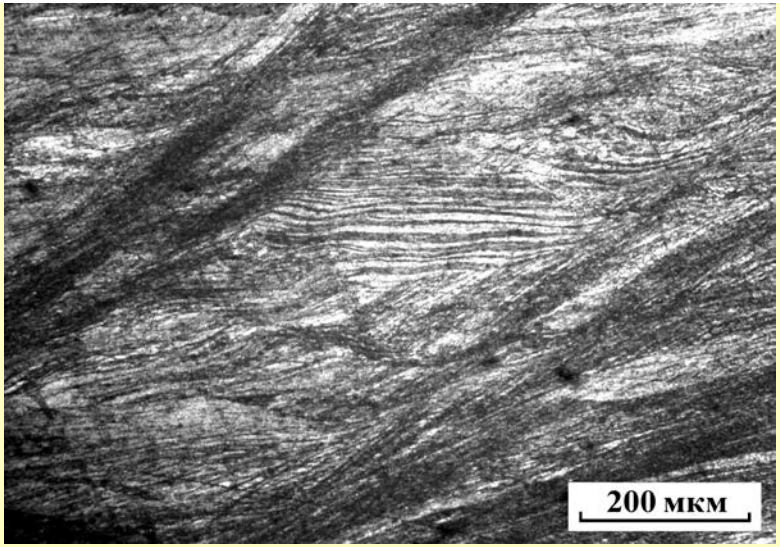
- Разгон образца - при помощи порохового заряда.
- Матрицы из 2-х каналов диаметром 16 и 14 мм, пересекающихся под углом 90° (радиус закругления внутреннего угла пересечения каналов: R=0.)
- Скорость разгона образцов (V_0) – 230-250 м/с.
- Скорость деформации материала 10^4-10^5 $с^{-1}$.
- Количество циклов прессования n = 1-4
- Длительность одного цикла $5 \cdot 10^{-4}$ с.
- Давление в области угла поворота ≤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)*

Структура низколегированных сплавов Cu-Cr-Zr после ДКУП, n=3

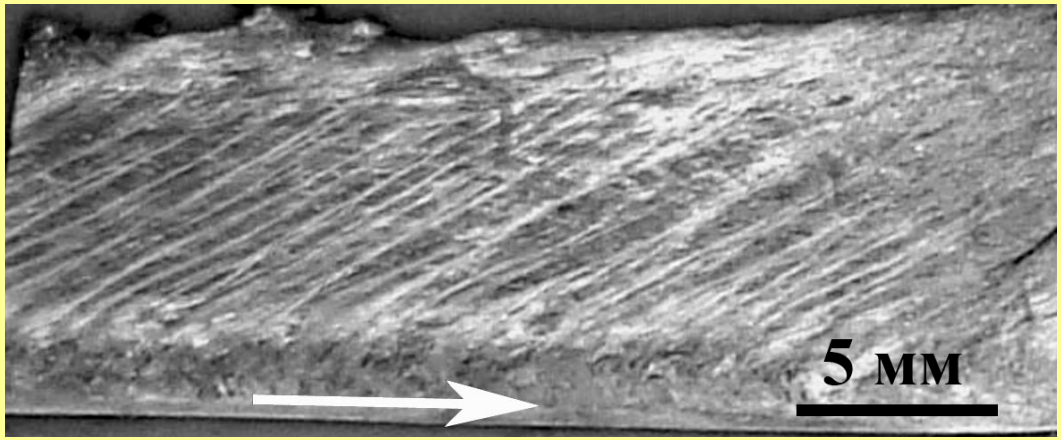


Полосы локализованного сдвига

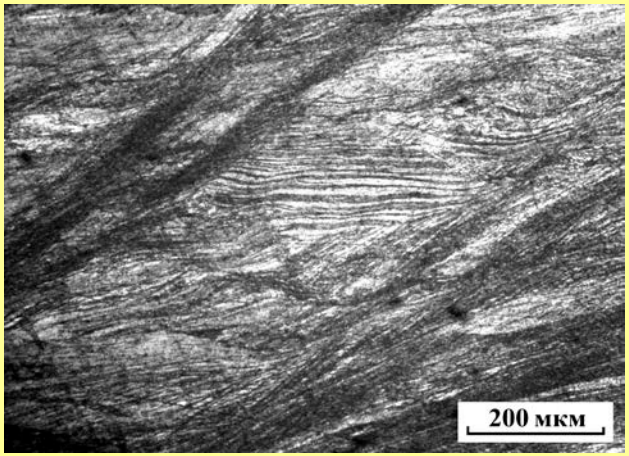


Волокнисто-полосовая структура

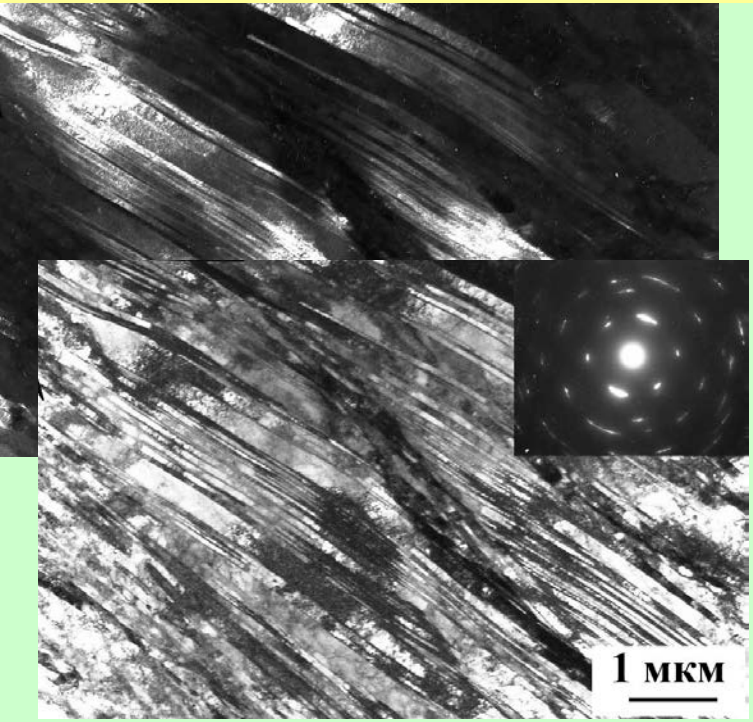
Структура низколегированных сплавов Cu-Cr-Zr после ДКУП



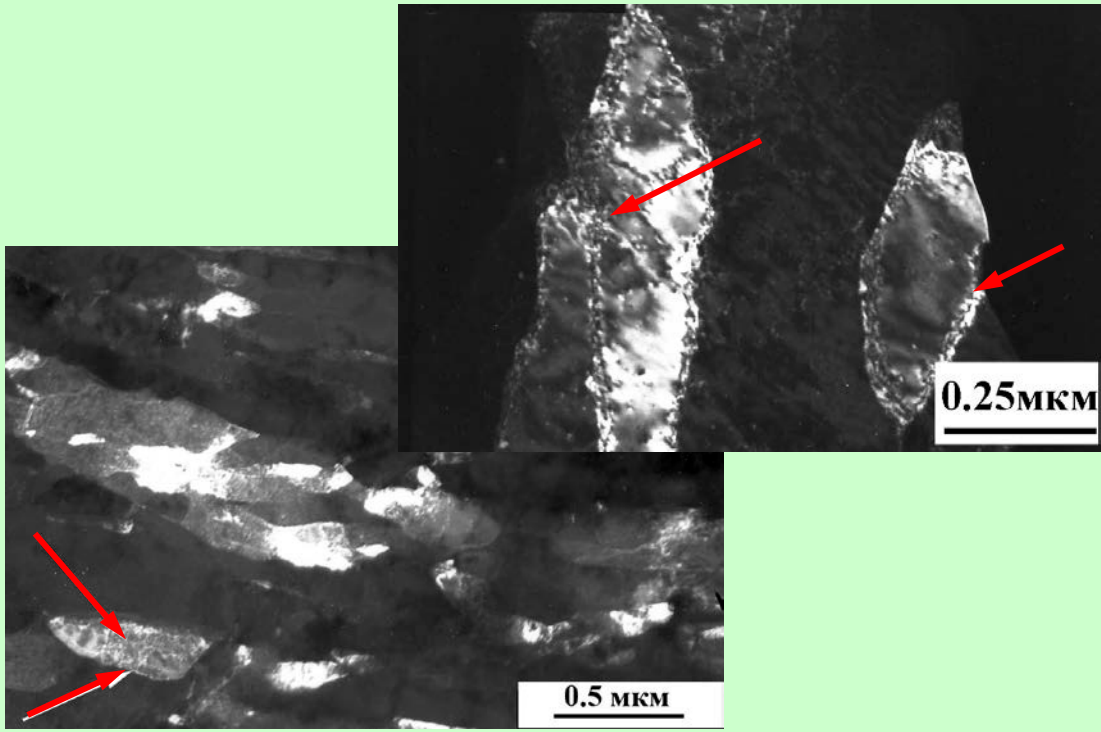
Полосы локализованного сдвига



Волокнисто-полосовая структура

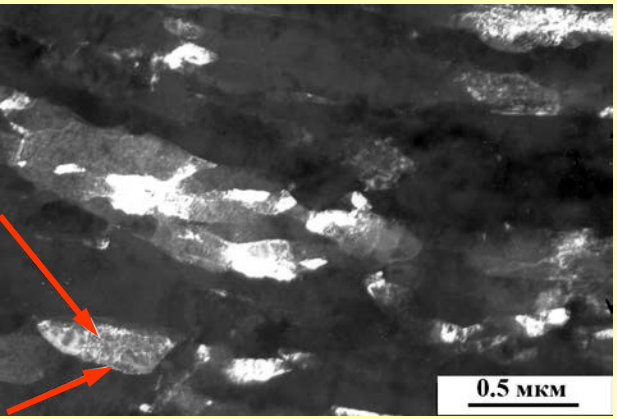


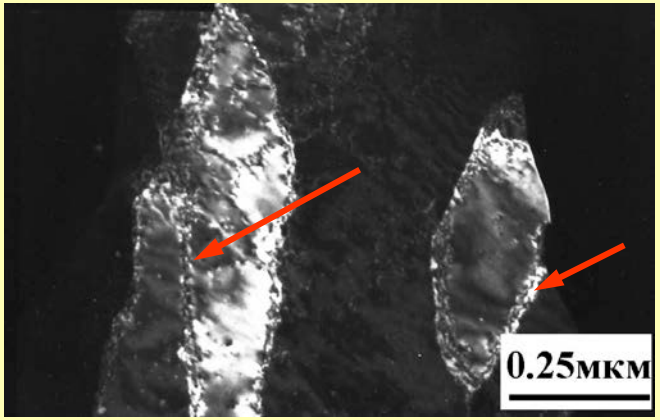
Двойники в полосах локализованного сдвига



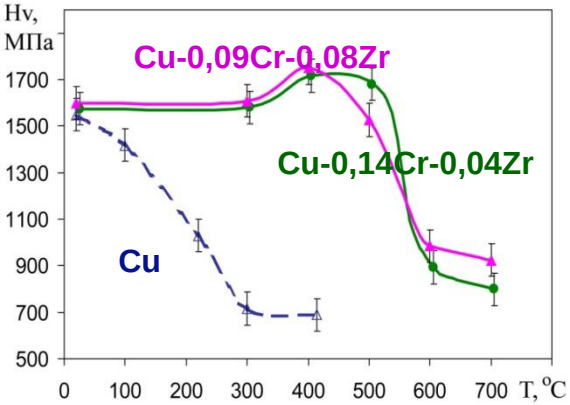
Субзерна внутри волокон

Структура сплавов Cu-Cr-Zr после ДКУП и отжига (старения)

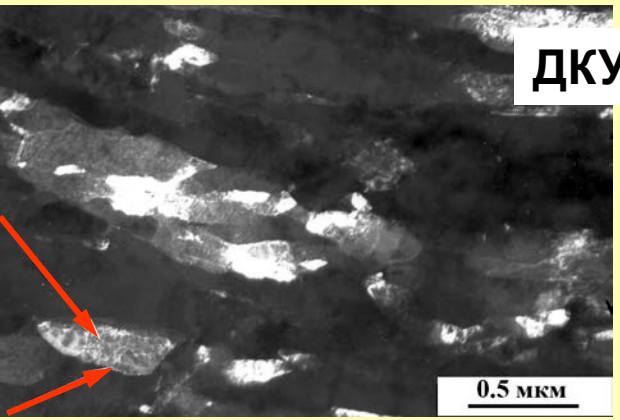


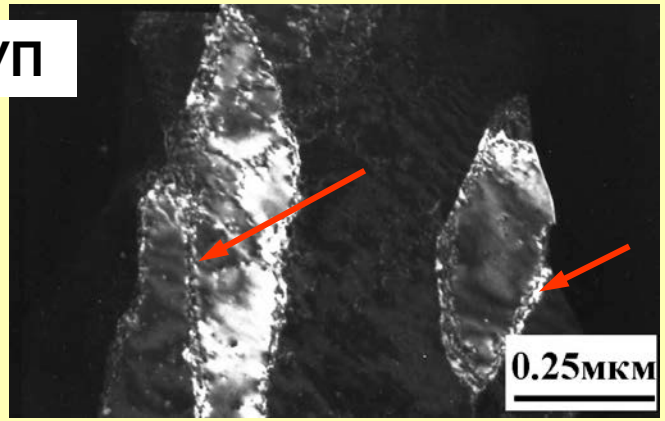


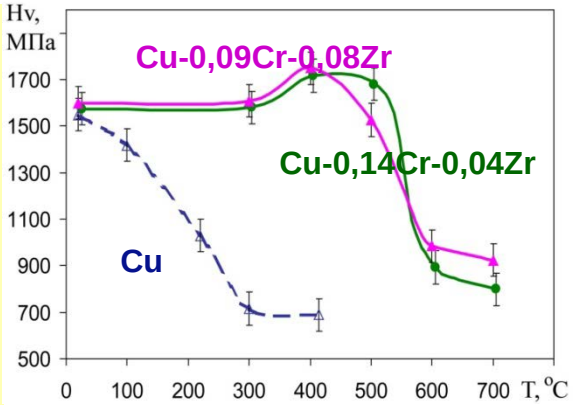
ДКУП

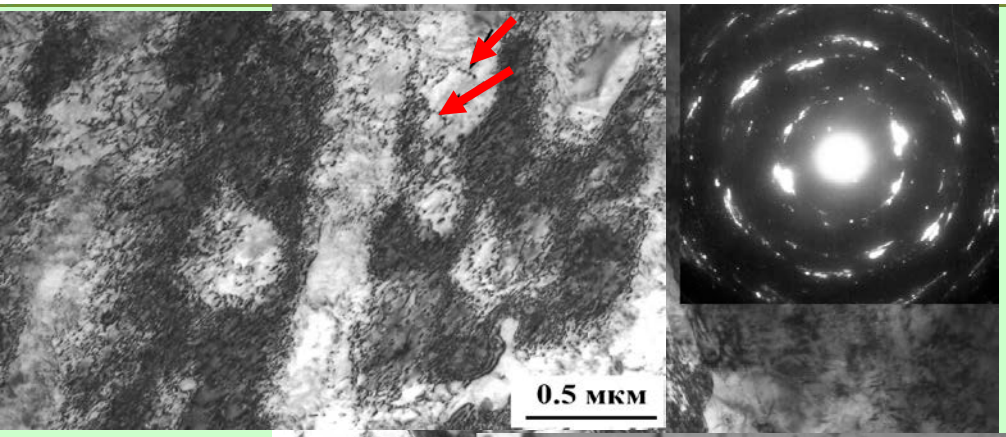


Структура сплавов Cu-Cr-Zr после ДКУП и отжига (старения)

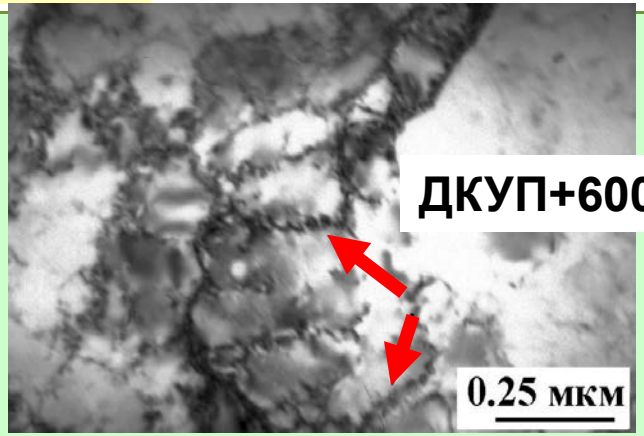


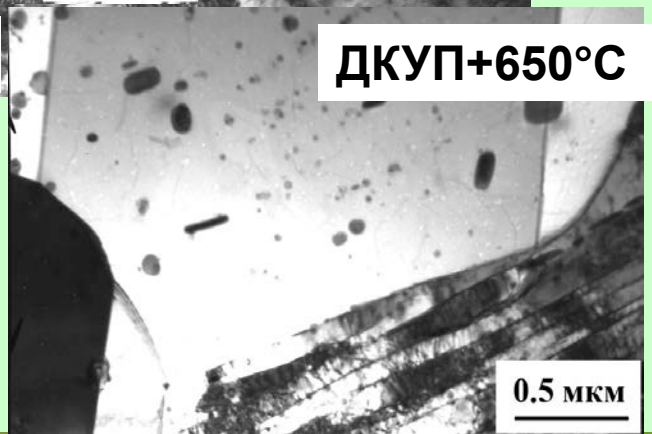




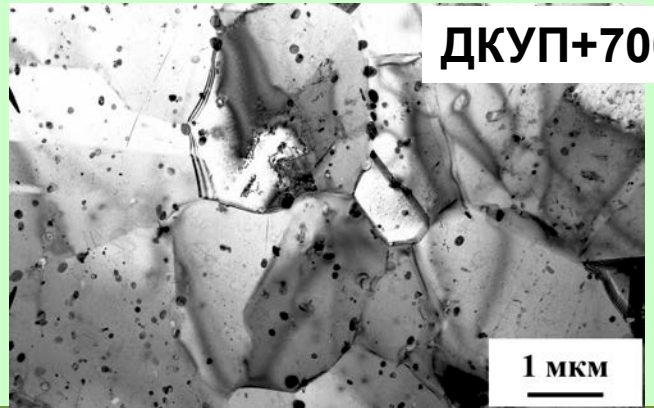


ДКУП+500°С



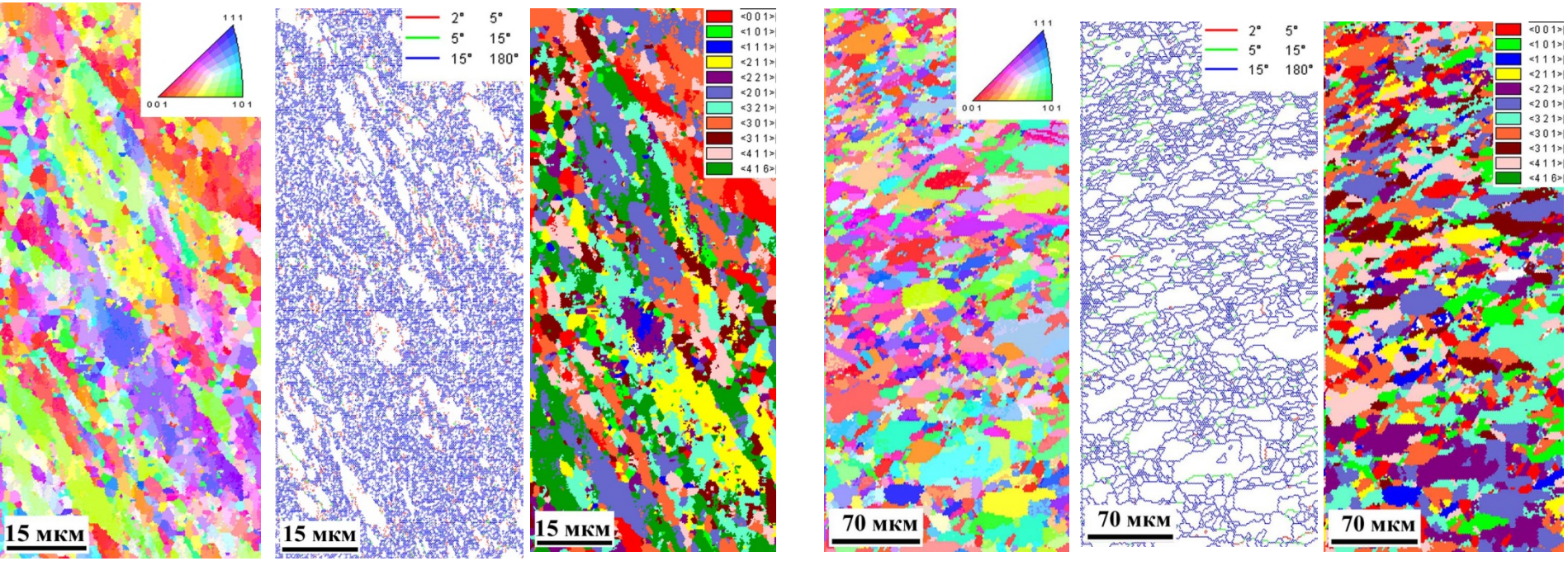


фронт рекристаллизации и цепочки частиц Cr и Cu_5Zr

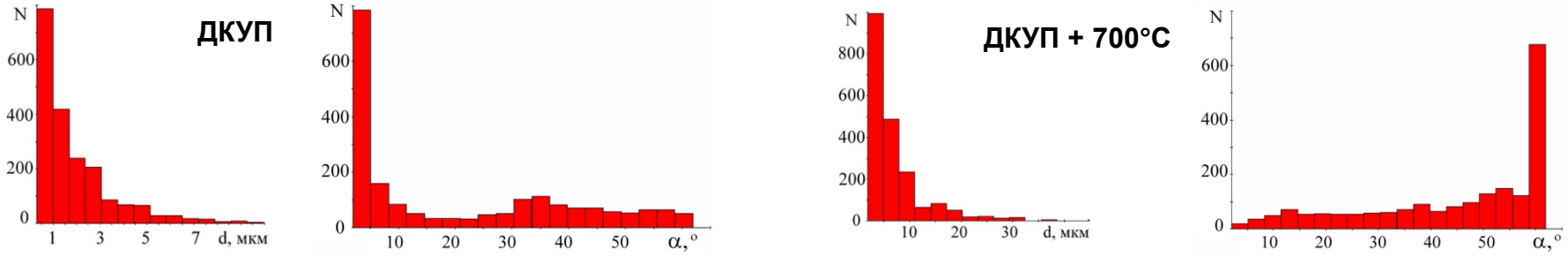


Результаты EBSD анализа эволюции структуры сплава Cu-0,21Cr-0,20Zr после высокоскоростной деформации методом ДКУП и отжига

ДКУП **ДКУП + 700°C**



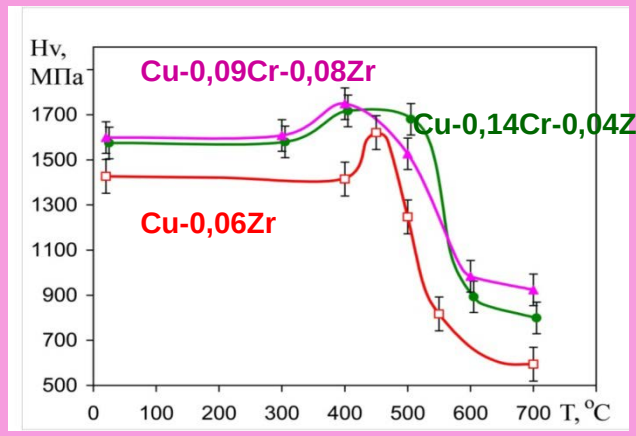
Карты распределения зерен по кристаллографической ориентировке, размерам и типу границ

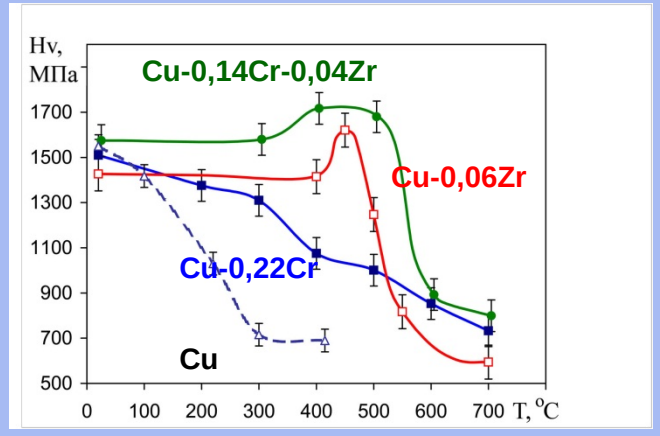


по размеру зерен **по типу границ** **по размеру зерен** **по типу границ**

Гистограммы распределения зерен

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



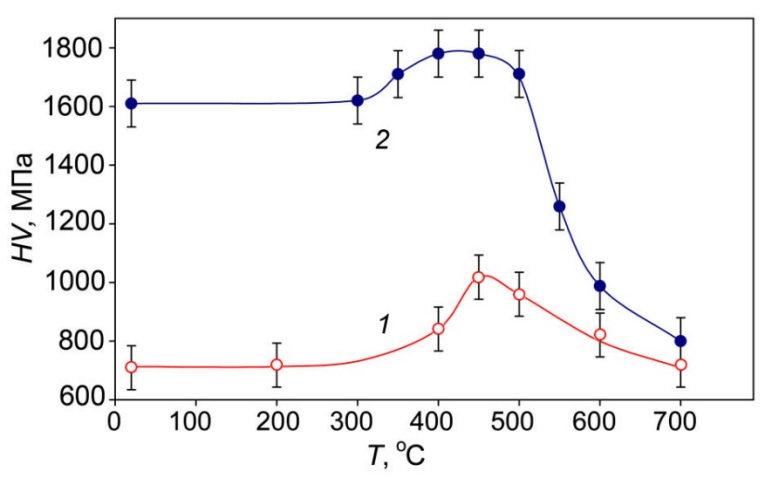


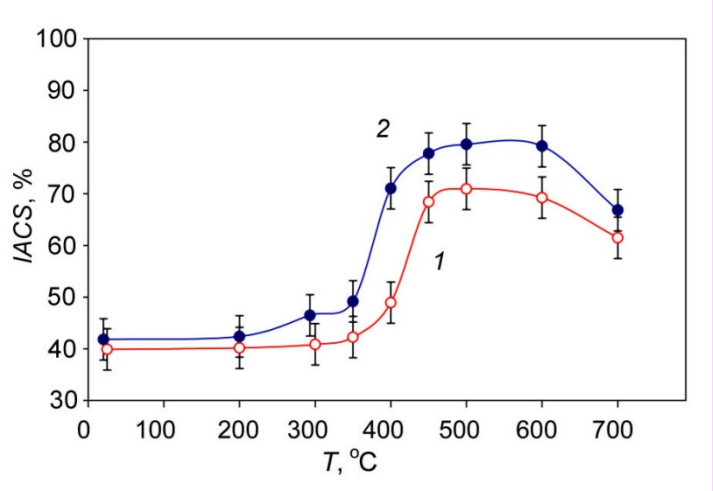
Сплав, содержание легирующих элементов, %	Микротвердость Hv, МПа						max ΔHv, МПа
	закалка	ДКУП	отжиг (старение), °C				
			300	400,1ч	400,4ч	450,1ч	
Cu-0,09Cr-0,08Zr	680	1600	1600	1750	1880	-	1200
Cu-0,14Cr-0,04Zr	700	1600	1600	1780	1880	1780	1180
Cu-0,21Cr-0,20Zr	680	1580	1580	1720	-	1700	1040
Cu-0,06Zr	600	1430	1430	1430	1520	1630	1030
Cu-0,22Cr	680	1510	1310	1075	1000	-	830
Cu (99,8)	отжиг 680	1550	720	680	-	-	870

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

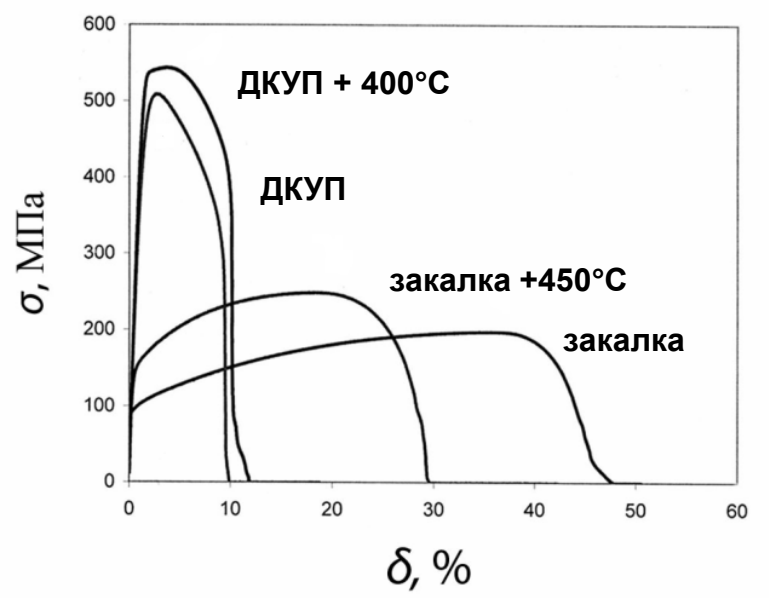
Увеличение температуры отжига до 500-600°C приводит к снижению микротвердости, что обусловлено развитием процесса рекристаллизации

Прочность и электропроводность сплава Cu-0,14Cr-0,04Zr после различных обработок





Зависимость микротвердости и электропроводности сплава от температуры старения 1- закалка от 1000°С; 2 - ДКУП, n=4.



Диаграммы растяжения образцов

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

За счет комбинированной обработки: ДКУП +старение 400°С. микротвердость (HV) сплава повышается в 2,4-2,6 раза,

σ_B и $\sigma_{0.2}$ в увеличивается в 2,8–5,1 раза, по сравнению с исходным КК состоянием при сохранении удовлетворительной

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-0,08Zr с СМК структурой, полученной ДКУП и ДКУП и старением при 400-700°С проводились 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

$$f=F/N,$$

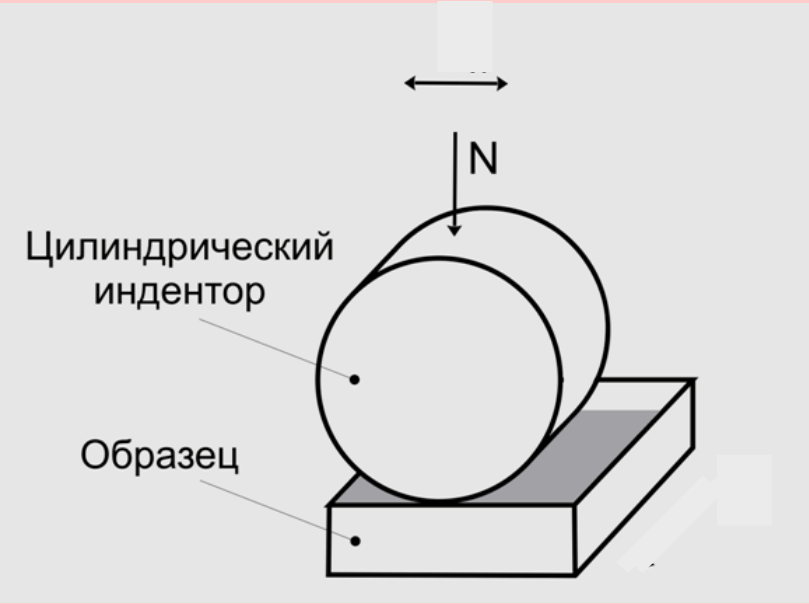
где *F* - сила трения; *N* – нагрузка.

Погрешность измерений *f* составляла ± 5%.

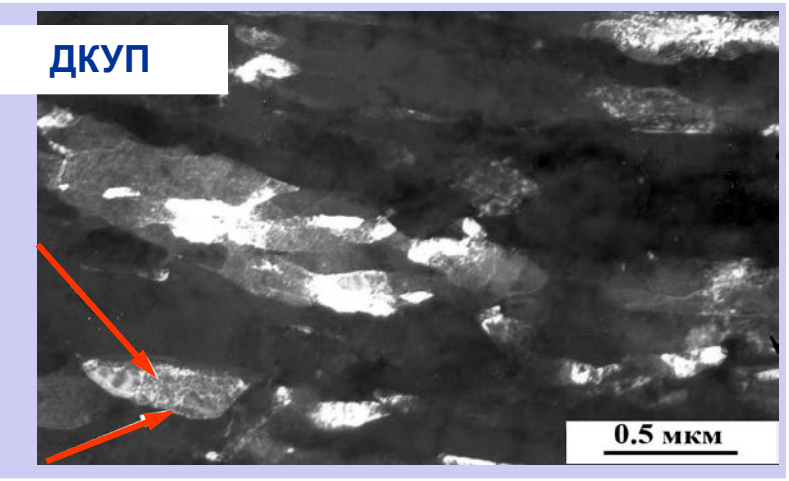
Интенсивность изнашивания (*Ih*) рассчитывали по формуле:

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

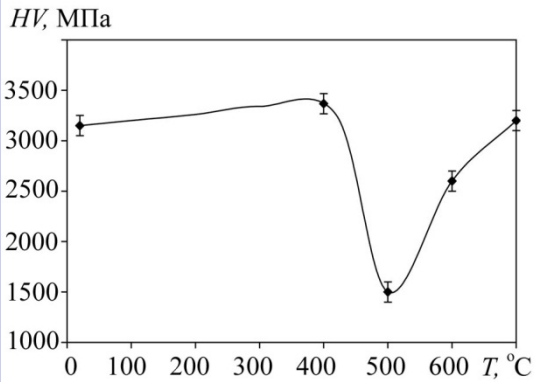
где ΔQ – потеря массы образца, ρ – плотность, s – геометрическая площадь контакта, l – путь трения.

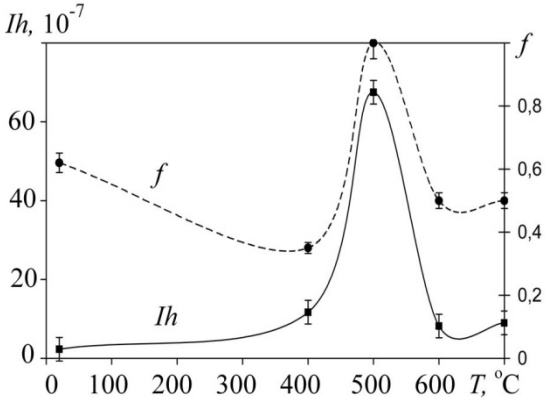


Трибологические свойства сплава Cu-0,09Cr-0,08Zr после различных обработок



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





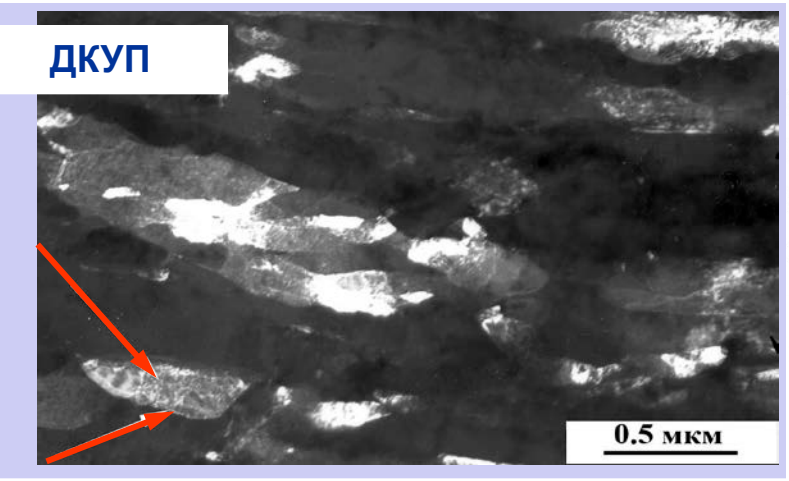
Значения интенсивности изнашивания (*Ih*) и коэффициент трения (*f*) образцов с исходной КК структурой составляли $3{,}1\cdot10^{-7}$ и 0,5.

Ih СМК структуры, полученной ДКУП - $2{,}3\cdot10^{-7}$, что в 1,4 раза меньше, чем *Ih* КК состояния, а *f* увеличивается до 0,62. Max *HV*=3350МПа и min *f* =0,35 получены в образцах после ДКУП+400°С.

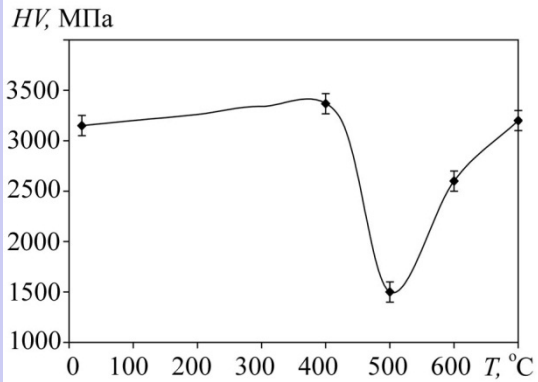
НК структура, размер кристаллитов 40-50 нм; HV=3200 МПа (*f* =0,62)

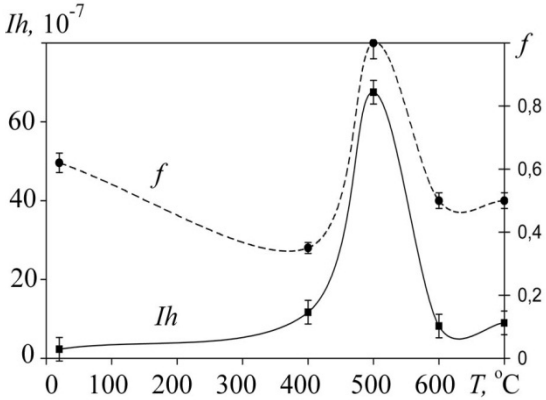
НК структура, размер кристаллитов 15-30 нм; HV=3350 МПа, (*f* =0,35)

Трибологические свойства сплава Cu-0,09Cr-0,08Zr после различных обработок



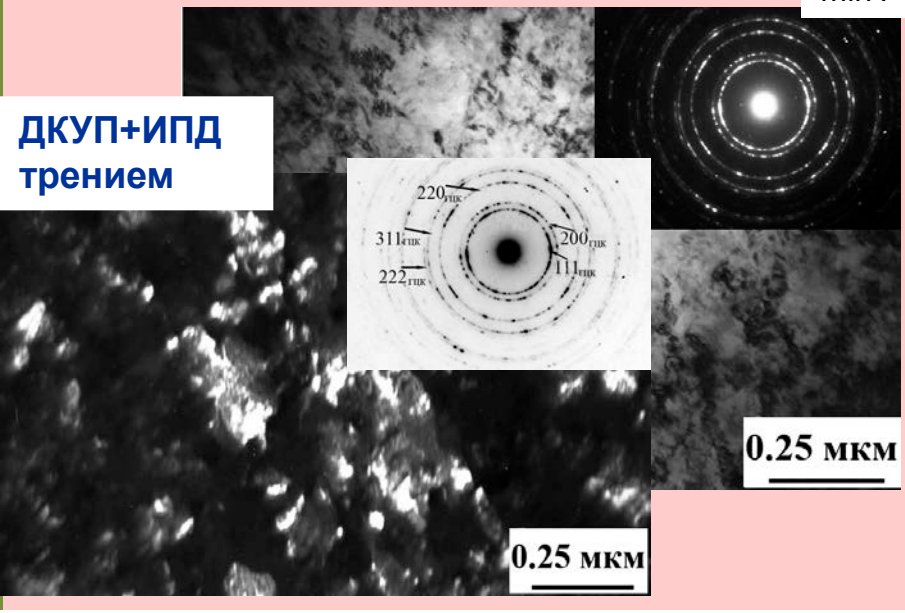
СМК структура, размер 200-400 нм; HV=1600 МПа (*f* =0,50)



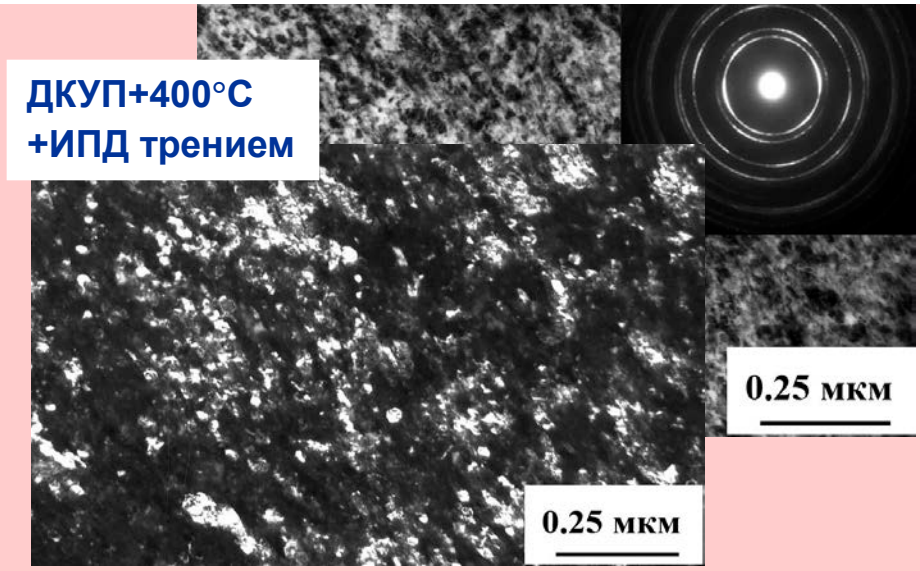


Значения интенсивности изнашивания (Ih) и коэффициент трения (f) образцов с исходной КК структурой составляли $3{,}1\cdot10^{-7}$ и 0,5.

Ih СМК структуры, полученной ДКУП - $2{,}3\cdot10^{-7}$, что в 1,4 раза меньше, чем Ih КК состояния, а f увеличивается до 0,62. Max *HV*=3350МПа и min *f* =0,35 получены в образцах после ДКУП+400°С.



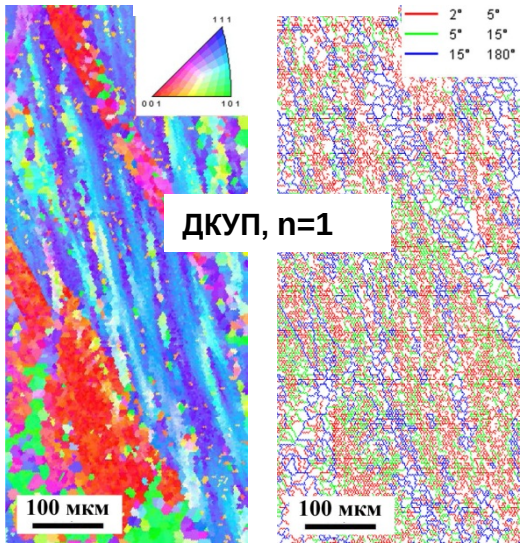
НК структура, размер кристаллитов 40-50 нм; HV=3200 МПа (*f* =0,62)

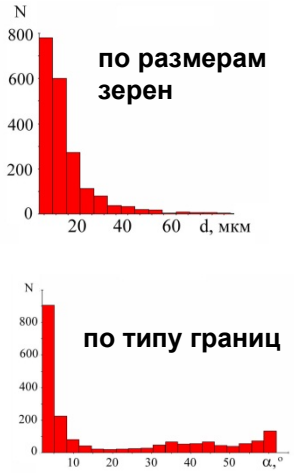


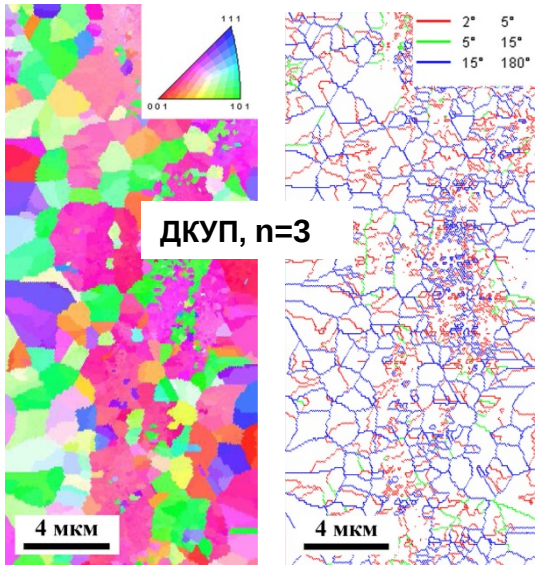
НК структура, размер кристаллитов 15-30 нм; HV=3350 МПа, (*f* =0,35)

Результаты EBSD анализа сплавов Cu-0.1%Cr и Cu-0,03%Zr с СМК структурой, полученной методом ДКУП

Cu-0.1%Cr



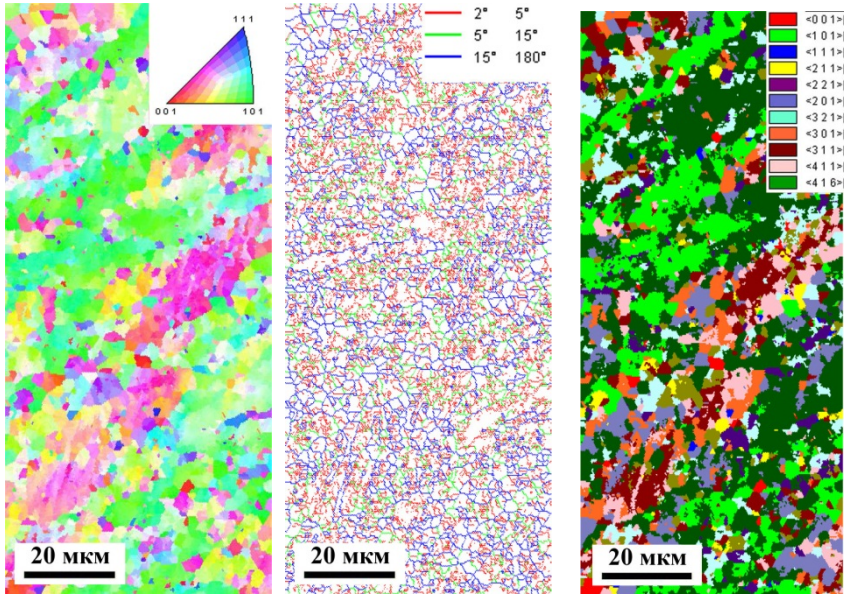




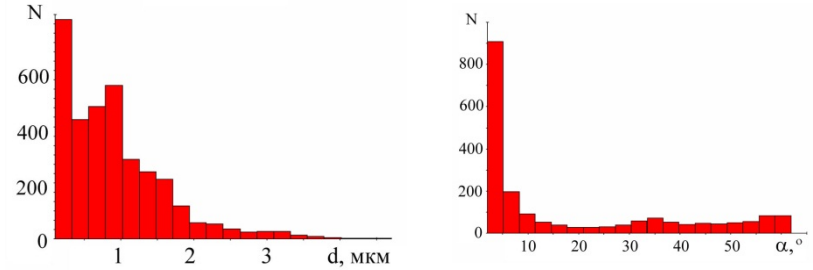
Карты распределения зерен по кристаллографической ориентировке типу границ и размерам

Гистограммы распределения зерен

Cu-0.03%Zr ДКУП, n=3



Карты распределения зерен по кристаллографической ориентировке, типу границ и размерам



Гистограммы распределения зерен по размерам и типу границ

Динамические свойства меди при испытании на ударное сжатие

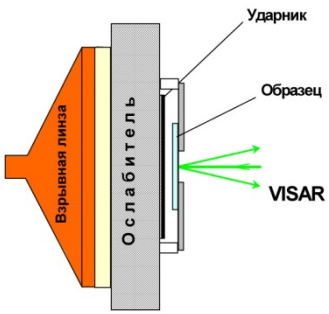
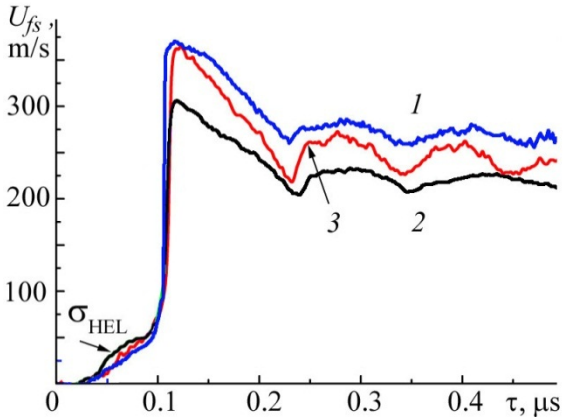


Схема ударно-волнового нагружения

- P max ударного сжатия образцов - 5,6-6,9 ГПа, скорость деформирования в разгрузочной части волны сжатия перед откольным разрушением - $(0,9\text{-}2,0)\cdot 10^5$ c^{-1}.
- Регистрацию профилей скорости свободной поверхности Ufs(t) осуществляли при помощи лазерного Доплеровского измерителя скорости VISAR, имеющего временное разрешение ~ 1 нс и пространственное ~0.1 мм^2.



Волновые профили образцов меди:

1 – исходная КК структура (100 мкм);

2 – СМК структура (0,2-0,5 мкм) после ДКУП, n=1;

3 –СМК+НК структура (0,05-0,40 мкм) после ДКУП, n=4.

№ п/п	Режимы обработки; размер зерна	Pmax, ГПа	Ufs max, м/с	U_{HEL}, м/с	ΔUfs, м/с	σHEL, ГПа	Y, ГПа	σsp, ГПа	hsp, мм
1	Исх. состояние (отжиг, 450 °C); КК структура (100 мкм)	6.82	365	-	109	0.10	0.05	1.86	0.28
2	ДКУП, n=1; СМК структура (0,2-0,5 мкм)	5.60	303	30	104	0.62	0.30	1.79	0.26
3	ДКУП, n=4; СМК+НК структура (0,05-0,40 мкм)	6.62	362	33	148	0.71	0.30	2.51	0.26

Обозначения:

Pmax – максимальное давление ударного сжатия

Ufsmax – максимальная скорость свободной поверхности

U_{HEL} – скорость поверхности на фронте упругого предвестника

ΔUfs – величина спада скорости от максимума до первого минимума в момент откола

σHEL – динамический предел упругости

Y – динамический предел текучести

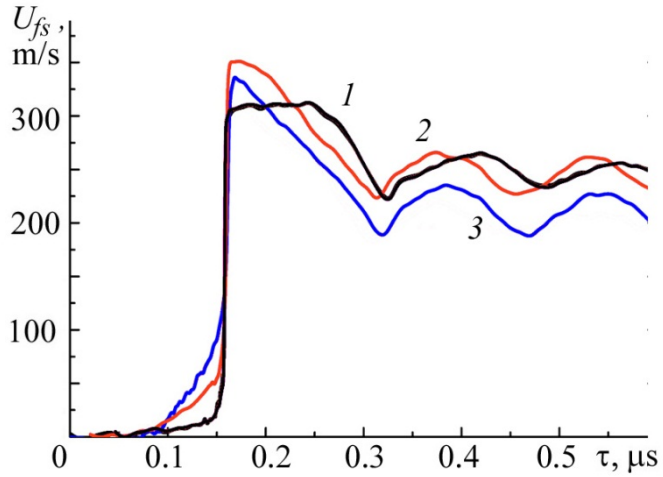
σsp – динамическая (откольная) прочность

hsp– толщина откольной пластины

Показано, что ДКУП, n=1 меди, приводящее к измельчению зерна от 100 до 0.5 мкм, в 6 раз увеличивает **σHEL** и **Y** меди. Формирование СМК+НК структуры с размером зерен 50-350 нм при ДКУП, n=4 увеличивает **σsp** меди в 1.4 раза, по сравнению с исходным КК состоянием.

Отметим, что **σsp** меди с СМК+НК структурой составляет 2510 МПа, что в 5.7 раз превышает **σв** меди (440 МПа).

Влияние дисперсности микроструктуры на волновые профили и динамические свойства образцов сплава Cu-0.1%Cr



1–КК структура, 200-300 мкм (закалка от 1000°C)

2–МК структура, 1- 5 мкм (ДКУП, n=1)

3– СМК структура, 0.2-0.4 мкм (ДКУП, n=3)

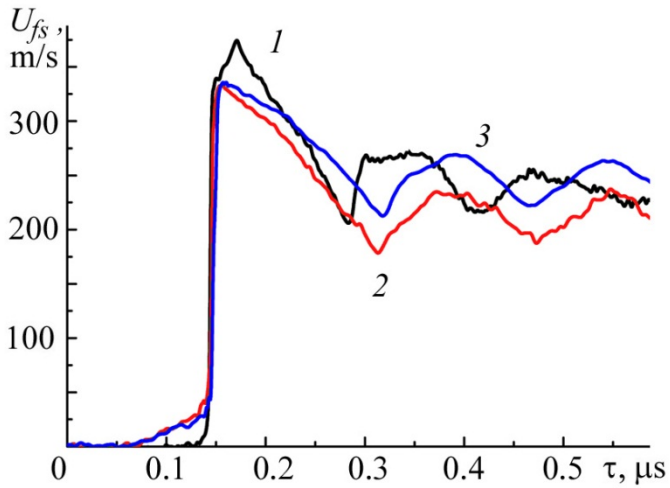
№ п/п	Режим обработки, тип структуры и размер зерна	Pmax, ГПа	U_{fs} max, м/с	U_{HEL} м/с	ΔUfs, м/с	σ_{HEL}, ГПа	Y, ГПа	σ_{SP}, ГПа	hsp, мм
1	Исх. состояние, закалка 1000°C, КК (200-400 мкм)	5.73	310	8.7	90	0.19	0.12	1.90	0.37
2	ДКУП, n=1, МК (1-5 мкм)	6.52	350	26.4	129	0.54	0.21	2.40	0.33
3	ДКУП, n=3,СМК (0.2-0.4 мкм)	6.20	334	33.5	146	0.70	0.31	2.76	0.34

Pmax – max max давление ударного сжатия; U_{fs} max – max скорость свободной поверхности; U_{HEL} – скорость поверхности на фронте упругого предвестника;Δ*Ufs* – величина спада скорости от max до первого min в момент откола;

σ_{HEL} – динамический предел упругости; Y – динамический предел текучести

σ_{SP}– динамическая (откольная) прочность; hsp– толщина откольной пластины

Влияние дисперсности микроструктуры сплава Cu-0.03%Zr на волновые профили образцов и динамические свойства



1–КК структура, 200-300 мкм (закалка от 1000°C)

2–МК структура, 1- 5 мкм (ДКУП, n=1)

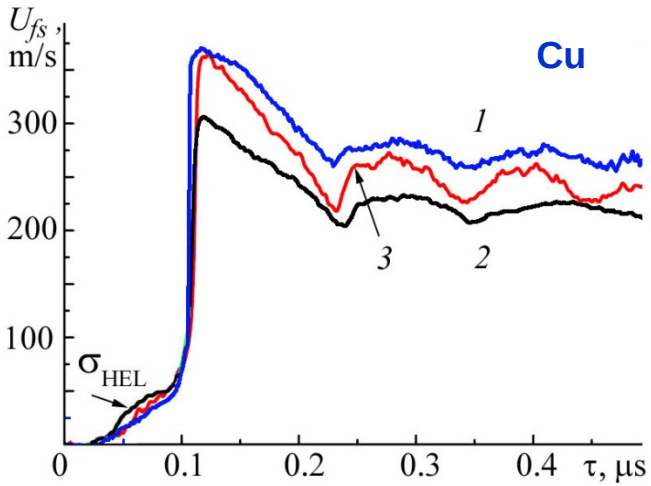
3– СМК структура, 0.2-0.4 мкм (ДКУП, n=3)

№ п/п	Режим обработки и структура (размер зерен-субзерен)	Pmax, ГПа	Ufs max, м/с	U_{HEL}, м/с	ΔUfs, м/с	σ_{HEL}, ГПа	Y, ГПа	σ_{SP}, ГПа	hsp, мм
1	Исх. состояние, закалка 1000°C, КК (200-400 мкм)	6.98	373	10	167	0.22	0.11	3.22	0.30
2	ДКУП, n=1, МК (1-5 мкм)	6.18	333	20	157	0.41	0.18	2.90	0.35
3	ДКУП, n=3, СМК (0.2-0.4 мкм)	6.20	334	20	122	0.42	0.20	2.31	0.34

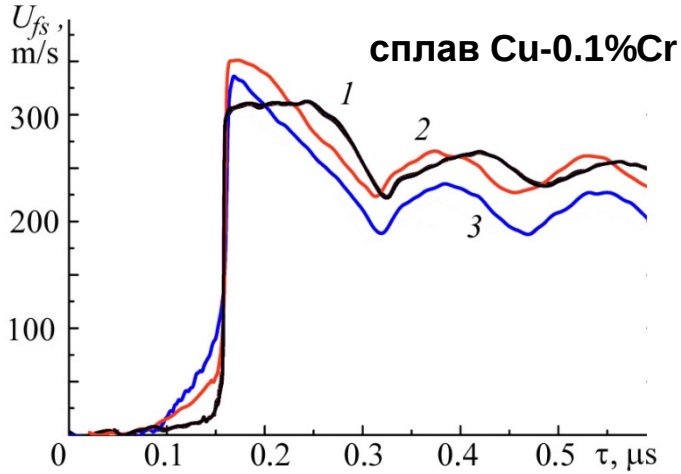
Pmax – max max давление ударного сжатия; Ufs max – max скорость свободной поверхности; U_{HEL} – скорость поверхности на фронте упругого предвестника; ΔUfs – величина спада скорости от max до первого min в момент откола; σ_{HEL} – динамический предел упругости; Y – динамический предел текучести

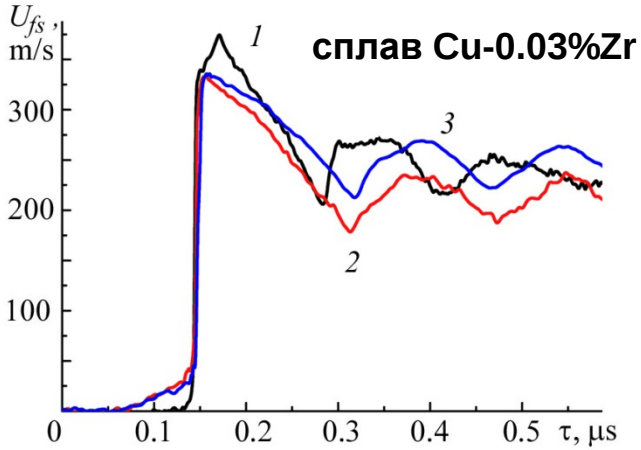
σ_{SP}– динамическая (откольная) прочность; hsp– толщина откольной пластины

Влияние легирования Cr и Zr на волновые профили образцов меди



1–КК структура, 100 мкм (отжиг 450 °С)
2– СМК структура, 0.2-0.5 мкм (ДКУП, n=1)
3–СМК+НК, 50-350 нм (ДКУП, n=4)





1–КК структура, 200-300 мкм (закалка от 1000°С)
2–МК, 1-5 мкм (ДКУП, n=1)
3– СМК структура, 0.2- 0.4 мкм (ДКУП, n=3)

Показано, что ДКУП, n=1 меди, приводящее к измельчению зерна от 100 до 0.5 мкм, в 5.7 раз увеличивает динамический предел упругости (σ_{HEL}) и динамический предел текучести (Y) меди. Формирование СМК+НК структуры (50-350 нм) при ДКУП, n=4, увеличивает динамическую (откольную) прочность меди в 1.4 раза, по сравнению с исходным КК состоянием

В сплавах Cu-0.03%Zr и Cu-0.1%Cr ДКУП, n=1 увеличивает σ_{HEL} и Y в1.9-2.8 раза, соответственно. Измельчение зерна до СМК состояния (до 0.2-0.4 мкм) при ДКУП, n=3 увеличивает динамические свойства сплава Cu-0,1%Cr в 1.5-3.7 раз по сравнению с исходным КК состоянием.

Влияние легирования Zr и Cr на динамические свойства меди

Cu-0.03%Zr

№ п/п	Режим обработки и структура (размер зерен-субзерен)	Pmax, ГПа	Ufs max, м/с	UHEL, м/с	ΔUfs, м/с	σ_{HEL}, ГПа	Y, ГПа	σ_{SP}, ГПа	hsp, мм
1	Исх. состояние, закалка 1000°С, КК (200-400 мкм)	6.98	373	10	167	0.22	0.11	3.22	0.30
2	ДКУП, n=1, МК (1-5 мкм)	6.18	333	20	157	0.41	0.18	2.90	0.35
3	ДКУП, n=3, СМК (0.2-0.4 мкм)	6.20	334	20	122	0.42	0.20	2.31	0.34

Cu-0.1%Cr

№ п/п	Режим обработки и структура (размер зерен-субзерен)	Pmax, ГПа	Ufs max, м/с	UHEL, м/с	ΔUfs, м/с	σ_{HEL}, ГПа	Y, ГПа	σ_{SP}, ГПа	hsp, мм
1	Исх. состояние, закалка 1000°С, КК (200-400 мкм)	5.73	310	8.7	90	0.19	0.12	1.90	0.37
2	ДКУП, n=1, МК (1-5 мкм)	6.52	350	26.4	129	0.54	0.21	2.40	0.33
3	ДКУП, n=3, СМК (0.2-0.4 мкм)	6.20	334	33.5	146	0.70	0.31	2.76	0.34

Pmax – max max давление ударного сжатия; Ufs max – max скорость свободной поверхности; UHEL – скорость поверхности на фронте упругого предвестника; ΔU*fs* – величина спада скорости от max до первого min в момент откола; σ_{HEL} – динамический предел упругости; Y – динамический предел текучести
σ_{SP}– динамическая (откольная) прочность; h_{sp}– толщина откольной пластины

Выводы

1. Легирование меди микродобавками (0.03-0.08 мас.%) Zr повышает температурный интервал рекристаллизации меди от 150-220°С до 500-600°С, что обусловлено выделением наночастиц (≤ 5нм) Cu_5Zr на дислокациях и субграницах, способствующих их закреплению и уменьшению подвижности.

2. Показано, что за счет комбинированной обработки: ДКУП + отжиг 400°С. в сплаве Cu-0.14Cr-0.04Zr формируется СМК структура с высокой твердостью (1880 МПа), электропроводностью (80% IACS), и повышенными характеристиками прочности ($\sigma_{0,2}$=464МПа; $\sigma_в$=536МПа) при сохранении удовлетворительной пластичности. В Повышенный по сравнению медью уровень механических свойств сплавов связан с дополнительным упрочнением, обусловленным выделением наноразмерных (5-10нм) частиц Cu_5Zr и Cr в процессе ДКУП и старения.

3. 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°С + 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).

4. Изучено влияние дисперсности неравновесной дефектной СМК+НК структуры меди и СМК структуры сплавов Cu-0.03%Zr и Cu-0.1%Cr, полученных методом ДКУП, на динамические свойства при испытаниях на ударное сжатие интенсивностью 5.6-6.9 ГПа и скоростью деформации $(0,9\text{-}2,0)\cdot 10^5$ c^{-1}.
5. Показано, что ДКУП, n=1, приводящее к измельчению кристаллитов от 100 до 0.5 мкм, в 6 раз увеличивает динамический предел упругости и динамический предел текучести меди, по сравнению исходным КК состоянием. Формирование СМК+НК структуры с размером кристаллитов 50-350 нм при ДКУП, n=4, увеличивает динамическую (откольную) прочность меди в 1.4 раза, по сравнению исходным КК состоянием.
6. Определено, что ДКУП, n=1 сплавов Cu-0,03%Zr и Cu-0,1%Cr увеличивает динамический предел упругости и динамический предел текучести в 1.9-2.8 раза, соответственно. ДКУП, n=3 сплава Cu-0,1%Cr, приводящее измельчению кристаллитов до 0.2-0.4 мкм увеличивает динамические свойства сплава в 1.5-3.7 раза, по сравнению исходным КК состоянием, что обусловлено выделением наноразмерных частиц Cr в процессе ДКУП.
7. Отметим, что динамическая (откольная) прочность СМК+НК меди и сплава Cu-0.1%Cr с СМК структурой, полученной при ДКУП, составляет 2510 и 2760 МПа, что более, чем в 5 раз превышает предельное сопротивление до разрушения σВ данных материалов с аналогичными структурами.

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
г. Екатеринбург

Спасибо за внимание!

Выводы

- **Изучено влияние высокоскоростной деформации методом ДКУП и старения на эволюцию структуры и свойств экономно-легированных дисперсионно-твердеющих сплавов на основе системы Cu-Cr-Zr,Cu-Zr и Cu-Cr. Показано, что легирование меди микродобавками хрома (0.09-0.22 мас. %) и циркония(0.03-0.08 мас. %) приводит к смене механизма формирования СМК структуры и релаксации упругой энергии при ДКУП: циклический характер структурообразования, обусловленный чередованием высокоскоростных процессов фрагментации и динамической рекристаллизации, сменяется процессами фрагментации и частичного деформационного старения с выделением наноразмерных частиц вторых фаз.**

- **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 (σ0.2=464 МПа, σв =542 МПа) и пластичности (δ=11 %), было получено при обработке, включающей ДКУП и отжиг при 400°С, 1 ч. Повышенный по сравнению медью уровень механических свойств сплавов связан с дополнительным упрочнением, обусловленным выделением наноразмерных (5-10нм) частиц Cu5Zr и Cr в процессе ДКУП и старения.**

- **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°С + 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).**