

## ИНТЕНСИВНАЯ КРИОГЕННАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МЕДИ

Т. Н. Конькова, С. Ю. Миронов, А. В. Корзников

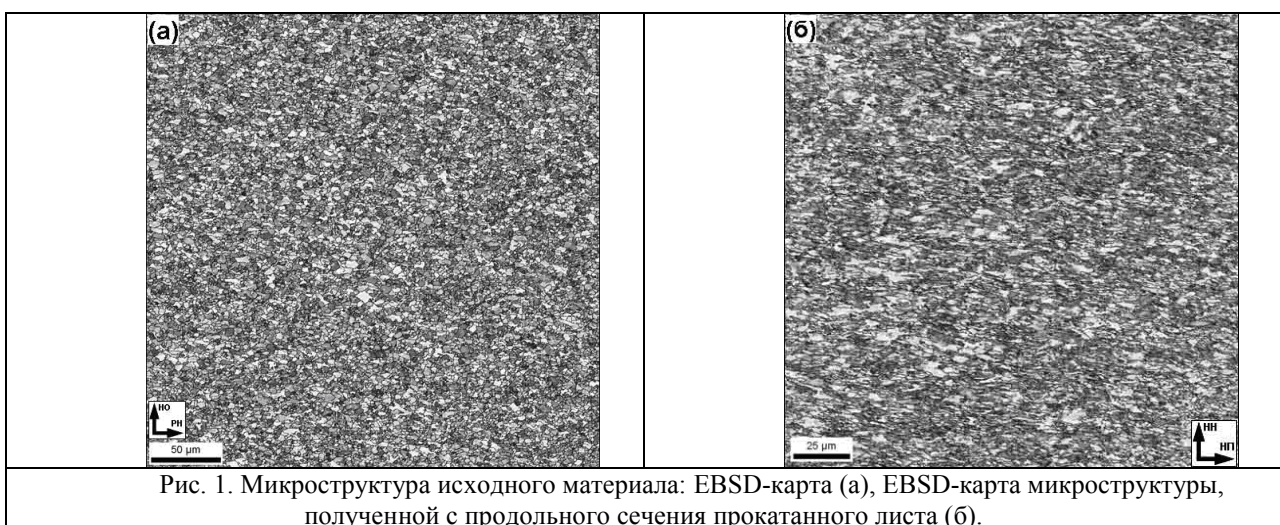
*Учреждение Российской Академии Наук Институт Проблем  
Сверхпластичности Металлов РАН*

Разработка и получение наноматериалов и нанокомпозитов с заданными физико-химическими свойствами является важной проблемой современного материаловедения. Прикладной интерес в этой области, в целом, обусловлен двумя причинами. Во-первых, возможностью значительного повышения прочностных характеристик материалов при низких температурах и пластических (или даже сверхпластических) при повышенных. И, во-вторых, с возможностью значительного сокращения номенклатуры конструкционных материалов. Академический же интерес обусловлен потенциальной возможностью лучше понять фундаментальные свойства материалов, которые могут проявиться при экстремальных нагрузках. Формирование нанокристаллической структуры в материалах, т.е. материалах с размером зерен ниже 100 нм, позволяет не только в 3-5 раз повысить их прочность [1], но и в некоторых случаях одновременно повысить пластичность [1-9]. Однако, несмотря на ряд экспериментов, демонстрирующих подобный эффект, данные о механических свойствах нанокристаллических материалов все еще являются недостаточными. Особенно необходимо отметить отсутствие полного перечня данных о механических свойствах при испытаниях на растяжение, причем образцов, имеющих стандартные для такого рода испытаний геометрические размеры. Между тем масштабный фактор может чрезвычайно сильно влиять на значения механических характеристик, серьезно изменяя показатели прочности и наиболее существенно пластичности. Так, в образцах с короткой рабочей частью напряженное состояние таково, что деформация уже на начальном этапе пластического течения сильно локализована. В результате изменяются по сравнению с образцами с обычными геометрическими размерами показатели равномерной и сосредоточенной деформации. Тем самым искажается информация о том, за счет какой составляющей пластичности произошло изменение показателей относительного удлинения.

Похожая проблема возникает при испытании тонких образцов. В этом случае важным фактором является количество зерен укладываемых по толщине образца. Наиболее перспективными способами формирования СМК структур в настоящее время являются: 1) Метод компактирования порошков, которые, в частности, могут быть подвергнуты дополнительной обработке в шаровых мельницах, 2) Метод интенсивной пластической деформации (ИПД) – кручение под высоким давлением (КВД), равноканальное угловое прессование (РКУ) или всесторонняя ковка позволяют получать образцы существенно больших размеров, но с размером зерен значительно превышающим 100 нм. В то же время и метод компактирования, и КВД позволяют изготавливать образцы сравнительно небольших размеров с короткой базой и небольшой толщины. Для их деформации разработаны специальные машины для микромеханических испытаний. В случае испытания образцов с наноструктурой, полученных КВД, их толщина обычно равна 0.1 мм и при размере зерен 50 нм по толщине

укладывается 2000 зерен. Однако микроструктура после КВД и РКУ обычно неоднородная с бимодальным распределением зерен и, таким образом, в сечении образца могут оказаться зерна значительно более крупных размеров. Механическое поведение таких образцов будет, очевидно, существенно отличаться от образцов с однородной структурой. Образцы, полученные методом компактирования нанопорошков, могут иметь существенно большую толщину [1] и более однородную микроструктуру. Однако загрязнение их примесями и окислами в процессе подготовки образца существенно искажает результат влияния размера зерен на механическое поведение. Поэтому получение массивных беспористых образцов с однородной микроструктурой и размером зерен менее 100 нм не приводящим к загрязнению примесями и окислами методом представляет собой важную и актуальную задачу.

Сравнительно недавно для получения в металлах с нанокристаллической структурой был применен метод криогенной прокатки, используя который удалось получить в образцах алюминия размер зерен  $\sim 100$  нм [10]. Этот эксперимент продемонстрировал, что подход к измельчению микроструктуры в металлах с использованием большой пластической деформации при криогенных температурах может быть весьма эффективным. Для изготовления массивных образцов из меди марки М1 (99.9% Cu, 0.005% Fe, 0.005% Pb, 0.002% Sn, 0.002% Sb, 0.001% Bi, 0.002% As, 0.005 % S, 0.002% Ni, 0.003% Ag, 0.005% Zn, 0.05% O<sub>2</sub>) был применен метод всестороннейковки при температуре жидкого азота. Получены образцы 50x30x30 мм со средним размером зерен  $\sim 50$  нм. Однако распределение зерен по размеру было неоднородным, и встречались зерна с размером 100-150 нм. С целью дальнейшего измельчения размера зерна исходные образцы (рис. 1а) были подвергнуты прокатке (50% обжатия) с предварительным охлаждением валков и образцов до температуры жидкого азота. Эволюция зеренной структуры определялась вытягиванием зерен в ходе прокатки (рис. 1б), а вклад механического двойникования и фрагментации был очень мал.



Анализ текстурных данных показал, что основным механизмом криогенной деформации являлось  $\{111\}\langle 110\rangle$  дислокационное скольжение. Показано, что

криогенная прокатка приводит к существенному повышению прочности и некоторому снижению пластичности материала (Табл.).

Таблица.

Материал	Прочность			Пластичность	
	Предел текучести, $\sigma_{0.2}$ (МПа)	Предел прочности, $\sigma_{0.2}$ (МПа)	Микротвердость (Hv)	Общее удлинение до разрушения, $\delta$ (%)	Сужение в шейке, $\psi$ (%)
Исходный материал (крупнозернистый)	210	270	1170	48	90
Криогенная прокатка (обжатие 50%)	340	391	1650	25	89

В результате выполнения проекта впервые проведены исследования пластического течения образцов с нанокристаллической структурой с размерами, обычно используемыми при испытании материалов с крупнозернистой структурой. Это позволило получить более объективную картину пластической деформации образцов из меди с нанокристаллической структурой, ее механических характеристик. Изучение роста зерен, анализ распределений зерен по размерам, а также спектра разориентировок границ зерен позволило сделать заключение об особенностях пластического течения нанокристаллической меди.

#### Библиографический список

1. Wang Y.W., Wang K., Pan D., Lu K., Hemker K.J., Ma E., Microsample tensile testing of nanocrystalline copper, Scripta Materialia 48, 2003, pp. 1581-1586.
2. Weertman J.R, Farkas D, Hemker K.J, Kung H, Mayo M, Mitra R, et.al. Mater Res Soc Bull 1999; 24:44.
3. Koch C.C, J Metast Nanocryst Mater 2003; 18:9.
4. Legros M, Elliott B.R, Rittner M.N, Weertman J.R, Hemker K.J. Phil Mag A 2000; 80:1017.
5. Nieman G.W, Weertman J.R, Siegel R.W. J Mater Res 1991; 6:1012.
6. Sanders P.G, Youngdahl C.J, Weertman J.R. Mater Sci Eng A 1997; 234-236:77.
7. Dalla Torre F, Van Swygenhoven H, Victoria M. Acta Mater 2002; 50:3957.
8. Ebrahimi F, Zhai Q. Scripta Mater 1998; 39:1401.
9. Ebrahimi F, Bourne GR, Kelly M.S, Matthews T.E. Nanostruct Mater 1999; 11:343.
10. Zhao Y.-H., Liao X.Z., Cheng S., Ma E., Zhu Y. T., Simultaneously increasing the ductility and strength of nanostructured alloys, Advanced Materials, 2006, 18, pp. 2280-2283.

## **SEVERE CRYOGENIC PLASTIC DEFORMATION OF COPPER**

T.N. Konkova, S.Yu. Mironov, A.V. Korznikov

*Institute for Metal Superplasticity Problem RAS*

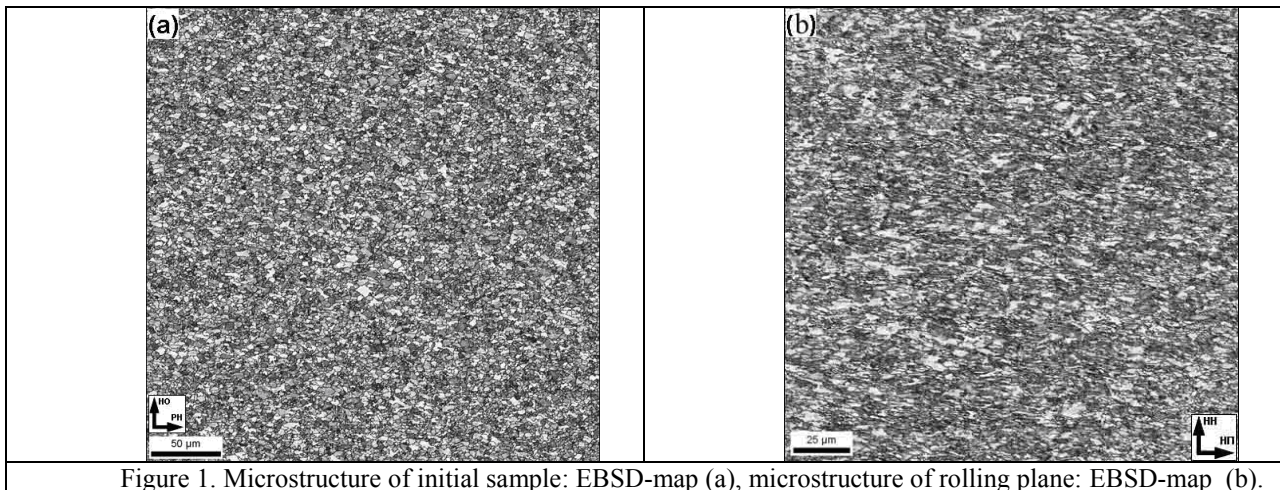
There is currently significant interest in the development of materials with nanocrystalline (<100 nm) grain structure for structural applications. It is believed that the dramatic microstructural refinement down to nanocrystalline (NC) range imparts a considerable increase in their strength by 3-5 times [1]. Furthermore, sometimes simultaneous increase in ductility is also observed [1-9].

Though superior properties of NC-materials have been already reported in some studies, their mechanical behavior remains poorly understood in general. This problem is mainly associated with the current difficulty to obtain bulk NC-materials. Presently, the NC-materials are typically produced in relatively small quantities and this seriously restricts their examination. For example, tensile behavior of the NC-materials is usually evaluated by using small (non-standard) specimens. It is well accepted that the "scale effect" may considerably influence the mechanical response of the material. For example, specific strain fields near specimens shoulder may promote rapid strain localization in samples with short gauge length thus substantially violating inherent materials properties. The similar problem may arise during tension of "thin" specimens. Deformation of grains in a surface layer is believed to be less constrained by their neighbors as compared to those in a specimen interior. If the number of grains in a cross section is relatively low, the tensile response of such specimen may be not representative for the bulk material.

The current approaches used to produce the NC-materials can be roughly classified into two groups: (1) powder metallurgy and (2) severe plastic deformation (SPD) e.g. via high-pressure torsion (HPT). Other SPD methods including equal channel angular extrusion (ECAE) or "abc" deformation enable to obtain bulk material but a final grain size is typically significantly large than 100 nm. At the same time, dimensions of HPT-samples are limited to the size of a small coin. For testing of such miniature samples, special micromechanical testing machines were developed. For the typical nanostructured HPT sample with a thickness of ~0.1 mm, about 2000 grains with the average size of 50 nm may fit the thickness of the sample. Furthermore the microstructure after HPT is often heterogeneous with a broad grain size distribution. Mechanical behavior of such samples will differ from the samples with homogeneous structure. The samples produced by compacting of nanopowders can be essentially larger [1], their microstructures are more homogeneous, and residual porosity may be close to zero. However, contamination by impurities and oxides during the sample production may influence the mechanical behavior. Thus, production of bulk fully dense samples with grain sizes less than 100 nm and homogeneous microstructure using processing way that eliminates contamination of material by impurities and oxides is of a great importance for understanding of deformation behaviour of nanomaterials.

Recently, the method of cryogenic rolling was applied to produce nanocrystalline structure (with grain size of about 100 nm) in aluminum alloy [10]. However, those samples were rather thin, and their mechanical properties were evaluated by nanoindentation. The experiment [10] demonstrated efficiency of microstructure

refinement in metals by severe plastic deformation at cryogenic temperatures. Cryogenic “abc” forging was used to produce of copper bulk samples with dimensions of 50x30x30 mm and average grain size ~50 nm. But the grain size distribution was heterogeneous and some grains as large as 100-150 nm were observed. In order to reduce grain size, initial samples (Fig. 1a) were subjected to cryorolling. The grain structure evolution was shown to be mainly governed by the geometrical effect of the imposed strain (Fig. 1b) whereas the contribution of the mechanical twinning and grain subdivision was found to be not significant.



The analysis of the developed texture demonstrated that the plastic flow arises mainly from conventional  $\{111\}\langle 110 \rangle$  slip. The cryogenic rolling was shown to increase strength and decrease ductility (Tab.) and both effects might be attributed to the substructure.

Table.

Material	Strength			Plasticity	
	Yield stress, $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Ultimate stress, $\sigma_B$ (MPa)	Microhardness (Hv)	$\delta$ , (%)	$\Psi$ , (%)
Initial state (coarse-grained)	210	270	1170	48	90
Cryogenic rolling (reduction ratio 50%)	340	391	1650	25	89

This is one of the first studies examining systematically the microstructure and mechanical properties of bulk NC copper produced by the cryogenic SPD. Thus the Project allows to exclude the scaling factor and understand the features of the plastic flow of copper with nanocrystalline structure and to obtain its mechanical characteristics. This experiment will reveal the features of microstructure evolution during deformation. Analysis of the grain size, evolution of structure morphology, grain size distributions, grain boundary misorientation distributions allow to define the features of the plastic flow of nanocrystalline copper.

### References

1. Wang Y.W., Wang K., Pan D., Lu K., Hemker K.J., Ma E., Microsample tensile testing of nanocrystalline copper, Scripta Materialia 48, 2003, pp. 1581-1586.

2. Weertman J.R, Farkas D, Hemker K.J, Kung H, Mayo M, Mitra R, et.al. *Mater Res Soc Bull* 1999; 24:44.
3. Koch C.C, *J Metast Nanocryst Mater* 2003; 18:9.
4. Legros M, Elliott B.R, Rittner M.N, Weertman J.R, Hemker K.J. *Phil Mag A* 2000; 80:1017.
5. Nieman G.W, Weertman J.R, Siegel R.W. *J Mater Res* 1991; 6:1012.
6. Sanders P.G, Youngdahl C.J, Weertman J.R. *Mater Sci Eng A* 1997; 234-236:77.
7. Dalla Torre F, Van Swygenhoven H, Victoria M. *Acta Mater* 2002; 50:3957.
8. Ebrahimi F, Zhai Q. *Scripta Mater* 1998; 39:1401.
9. Ebrahimi F, Bourne GR, Kelly M.S, Matthews T.E. *Nanostruct Mater* 1999; 11:343.
10. Zhao Y.-H., Liao X.Z., Cheng S., Ma E., Zhu Y. T., Simultaneously increasing the ductility and strength of nanostructured alloys, *Advanced Materials*, 2006, 18, pp. 2280-2283.