

## Механизмы пластической деформации ультрамелкозернистой меди в интервале температур 4,2–300 К

Н.В. Исаев<sup>1</sup>, Т.В. Григорова<sup>1</sup>, О.В. Мендюк<sup>2</sup>, А.А. Давиденко<sup>3</sup>,  
С.С. Полищук<sup>4</sup>, В.Г. Гейдаров<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. Науки, 47, г. Харьков, 61103, Украина  
E-mail: isaev@ilt.kharkov.ua*

<sup>2</sup>*Institute of Low Temperature and Structure Researches, Polish Academy of Science,  
2 ul. Okólna, Wrocław, 50-422, Poland*

<sup>3</sup>*Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
пр. Науки, 46, г. Киев, 03028, Украина*

<sup>4</sup>*Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины  
бульвар Академика Вернадского, 36, г. Киев, 03680, Украина*

Статья поступила в редакцию 22 апреля 2016 г., опубликована онлайн 25 июля 2016 г.

Основные характеристики микроструктуры ультрамелкозернистых поликристаллов бескислородной меди Cu–OF, полученных путем прямой и равноканальной угловой гидроэкструзии, изучены методами дифракции обратно рассеянных электронов и рентгеновских лучей. В экспериментах по растяжению и релаксации напряжения в малоизученном интервале температур 4,2–300 К исследовано влияние микроструктуры на температурные зависимости предела текучести и скоростной чувствительности деформирующего напряжения поликристаллов. В результате термоактивационного анализа установлено, что в интервале температур 77–200 К скорость пластической деформации контролируется термически активированным механизмом пересечения дислокаций «лес», получены эмпирические параметры этого механизма. Обнаруженные при температурах ниже 77 К аномалии, которые не описываются механизмом пересечения «лес», обусловлены проявлением инерционных свойств дислокаций под действием больших эффективных напряжений и малых сил динамического трения. При температурах выше 200 К наблюдаемые инверсии температурных зависимостей активационного объема пластической деформации объясняются активацией механизма открепления дислокаций от локальных препятствий в границе зерна поликристалла.

Основні характеристики мікроструктури ультрадрібнозернистих полікристалів безкисневої міді Cu–OF, одержаних шляхом прямої та рівноканальної кутової гідроекструзії, вивчені методом дифракції зворотно розсіяних електронів та рентгенівських променей. В експериментах з розтягнення та релаксації напруження у маловивченому інтервалі температур 4,2–300 К отримані температурні залежності границі плинності й швидкісної чутливості деформуєного напруження полікристалів. У результаті термоактиваційного аналізу встановлено, що в інтервалі температур 77–200 К швидкість пластичної деформації контролюється термічно активованим механізмом перетинання дислокацій «лісу», отримані емпіричні параметри цього механізму. Виявлені при температурах нижче 77 К аномалії, які не описуються механізмом перетинання «лісу», обумовлені проявом інерційних властивостей дислокацій під дією значних ефективних напружень та малих сил динамічного тертя. При температурах вище 200 К спостережувані інверсії температурних залежностей активаційного об'єму пластичної деформації пояснюються активацією механізму відкріплення дислокацій від локальних перешкод у границі зерна ультрадрібнозернистого полікристалу.

PACS: 61.72.Nh Непрямое наблюдение дислокаций и других дефектов (удельное сопротивление, скольжение, ползучесть, деформация, внутреннее трение, ЭПР, ЯМР и т.д.);

62.20.F– Деформация и пластичность;

62.20.–x Механические свойства твердых тел;

81.40.Lm Деформация, пластичность и ползучесть.

Ключевые слова: ультрамелкозернистые материалы, медь, дислокации, термически активированная деформация, предел текучести, активационный объем, низкие температуры, аномалии.

## 1. Введение

Микро- и нанокристаллические металлы и сплавы вызывают большой интерес из-за уникальности своих механических и физических свойств, обусловленных высокой плотностью границ зерен, которые могут рассматриваться как отдельная фаза [1–3]. На основании того, что механизмы пластической деформации таких материалов зависят от размера зерна  $d$ , выделяют, как правило, три структурных состояния, например обычное с зерном  $d \geq 10^{-6}$  м; микро- (МЗ) или ультрамелкозернистое (УМЗ),  $d \sim 10^{-6} - 10^{-8}$  м; нанокристаллическое,  $d \leq 10^{-8}$  м [4,5]. В предложенной классификации скорость пластической деформации чистых металлов контролируется: процессами пересечения дислокаций внутри зерна [6]; эмиссией дислокаций зернограничными источниками [7] или зернограничным скольжением, вызванным скоплениями дислокаций у границ [6]; только процессами в границах зерен [5,6]. При этом граничный размер зерна, соответствующий переходу, например от обычного к УМЗ состоянию, в конкретном металле зависит от скорости деформации и температуры. Поэтому представляют интерес исследования материала в разных структурных состояниях при заданной температуре, а также материала с заданной микроструктурой при различных температурах [3]. В обоих случаях аномальное поведение механических свойств материала в зависимости от размера зерна или температуры часто является признаком изменения дислокационного механизма, контролирующего кинетику пластической деформации.

Наиболее популярными объектами изучения влияния микроструктуры и температуры на пластическую деформацию являются поликристаллы чистых ГЦК металлов. Исследования, проведенные, в большинстве своем, при комнатной температуре, показали, что механические свойства металлов определяют три основных параметра микроструктуры: плотность дислокаций, размер зерна и текстура. Первые два параметра непосредственно влияют на прочность и пластичность поликристалла, поскольку дислокации «леса» и границы зерен препятствуют движению дислокаций в плоскости скольжения под действием приложенного напряжения [8–11]. Ориентационная текстура, как дополнительный параметр, приводит к несоответствию приложенных напряжений и напряжений, действующих в плоскостях скольжения.

В настоящее время для изменения указанных параметров существует ряд эффективных методов интенсивной пластической деформации, в том числе равноканальная угловая гидроэкструзия (УГЭ) или комбинация прямой (ГЭ) и угловой гидроэкструзии [12]. С помощью методов УГЭ (в отличие от традиционных методов ГЭ) удастся, например, получать объемные УМЗ поликристаллы большой длины с однородной микроструктурой без острой ориентационной текстуры.

Данная работа посвящена исследованию основных параметров микроструктуры и механических свойств поликристаллов бескислородной меди Cu–OF, полученных двумя методами: прямой и равноканальной угловой гидроэкструзии. Целью работы является анализ температурных зависимостей предела текучести и скоростной чувствительности деформирующего напряжения при одноосном растяжении УМЗ поликристаллов меди в малоизученном интервале низких температур.

## 2. Методика эксперимента

В качестве исходного материала были использованы цилиндрические заготовки бескислородной меди (Cu–OF, 99,98%). Все заготовки отжигали в вакууме при температуре 873 К и пластически деформировали при комнатной температуре: одну часть заготовок — методом прямой ГЭ, а другую — путем равноканальной УГЭ. В случае ГЭ начальный диаметр заготовок, составляющий 50 мм, в результате трех проходов уменьшался до 13 мм. Суммарная накопленная деформация  $e_z$  составляла  $\approx 2,7$ . В случае УГЭ начальный диаметр заготовок составлял 13 мм и практически не изменялся после четырех проходов по маршруту  $B_c$  в равноканальной матрице с углом между каналами  $90^\circ$ . Суммарная накопленная деформация составляла  $\approx 4,6$ . Технические детали интенсивной пластической деформации заготовок путем ГЭ и УГЭ описаны в [13].

Из полученных заготовок с помощью электроискровой резки и штамповки получали плоские образцы для растяжения в форме двойной лопатки длиной 30 мм. Размеры рабочей части образцов после механической шлифовки, полировки и химического травления поверхностей составляли  $15 \times 3 \times 0,5$  мм. Далее в тексте приняты следующие обозначения: I — для образцов, подвергнутых ГЭ; II — для образцов, подвергнутых УГЭ.

Микроструктуру поликристаллов Cu–OF, полученных в результате ГЭ и УГЭ, изучали методами дифракции обратно рассеянных электронов (electron-

backscatter diffraction (EBSD) [14]) и рентгеновских лучей (XRD).

EBSD сканирование плоской поверхности образцов I и II проводили в высокоразрешающем сканирующем микроскопе FEI Nova Nano SEM 230 FE-SEM с полевым катодом. Заданная площадь сканирования составляла не менее  $10 \times 10$  мкм, шаг сканирования — 40 нм. Минимальный угол разориентировки, регистрируемый в соседних точках сканирования, составлял  $1^\circ$ . При программном анализе данных разориентировку на угол  $15^\circ$  использовали в качестве критерия для различия малоугловых (МУГ) и большеугловых (БУГ) границ доменов. Построенные EBSD карты поверхности образцов I и II использовали для определения формы и размера зерен, описания их ориентации относительно плоскости образца, оценки протяженности МУГ и БУГ.

Методами XRD изучали микроструктуру поликристаллов Cu–OF в виде ГЭ и УГЭ заготовок, а также в виде плоских образцов I и II непосредственно перед их пластической деформацией.

Для изучения аксиальной текстуры ГЭ и УГЭ заготовок использовали дифрактометр ДРОН-3М с текстурной приставкой. Съемки в геометрии с параллельным пучком проводили в излучении кобальтового анода при сканировании углов  $\alpha$  от  $0^\circ$  до  $80^\circ$  с шагом  $5^\circ$  и углов  $\beta$  от  $0^\circ$  до  $360^\circ$  с шагом  $10^\circ$ . Для учета эффекта дефокусировки при изменении угла  $\alpha$  учитывали данные для бесструктурного образца  $\text{BaTiO}_3$ . При анализе текстуры с помощью прямых и обратных полюсных фигур применяли пакет программ MTEXMatlab [15].

Съемки дифрактограмм ГЭ и УГЭ заготовок в продольном и поперечном сечениях проводили в  $\text{Co-K}_\alpha$  излучении по схеме  $(\theta - 2\theta)$ . В качестве эталона использовали поликристалл  $\text{SiO}_2$ . Для определения параметров микроструктуры заготовок из анализа физического уширения профилей рентгеновских пиков применяли метод аппроксимации с помощью функции Фойгта, являющейся сверткой функций Коши и Гаусса [16].

Контрольные съемки дифрактограмм плоских образцов I и II, вырезанных из заготовок вдоль направления ГЭ, проводили с помощью дифрактометра ДРОН-2 в  $\text{Cu-K}_\alpha$  излучении по схеме  $(\theta - 2\theta)$ . В качестве эталона использовали поликристаллический Al. Анализ профилей рентгеновских пиков проводили методом аппроксимации с помощью функций Коши и Гаусса [17].

В результате анализа дифрактограмм классическим и модифицированным методами Вильямсона–Холла определяли размеры области когерентного рассеяния  $L$ , уровень средних микродеформаций  $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ , оценивали среднюю плотность дислокаций  $\rho$ , а также характеристики текстуры заготовок и плоских образцов Cu–OF.

Поликристаллические образцы I и II деформировали в деформационной машине с криостатом для жидкого гелия в интервале температур 4,2–300 К в режиме квазистатического растяжения с постоянной скоростью

штока, которая соответствовала начальной скорости деформации  $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . По кривым «нагрузка–время» при постоянной температуре рассчитывали зависимости «истинное напряжение  $\sigma$ –истинная деформация  $\varepsilon$ », учитывая изменение поперечного сечения образцов. Кривые  $\sigma$ – $\varepsilon$  использовали для оценки: напряжения течения  $\sigma_{0,2}$  при  $\varepsilon = 0,002$ , которое принимали за условный предел текучести, максимального напряжения  $\sigma_m$ , максимальной однородной деформации  $\varepsilon_u$ ,  $\theta \equiv d\sigma/d\varepsilon$  — коэффициента деформационного упрочнения. В настоящей работе мы ограничились анализом температурных зависимостей  $\sigma_{0,2}(T)$ , скоростной чувствительности напряжения и параметров релаксации напряжения, полученных для поликристаллов Cu–OF I и II в интервале температур 4,2–300 К. Остальные параметры кривых растяжения будут проанализированы в следующей работе.

В процессе растяжения при заданной температуре регистрировали: кривые релаксации напряжения  $\Delta\sigma_r(t)$  после остановки штока на время  $t = 80$  с; скачки напряжения  $\Delta\sigma_\varepsilon$  при изменении скорости штока в десять раз. Эксперименты периодически повторяли в пределах устойчивой деформации образца (до образования шейки). Предполагая термически активированный характер пластической деформации, для аппроксимации данных эксперимента использовали логарифмический закон релаксации  $\Delta\sigma_r(t) = \sigma(0) - \sigma(t) = \alpha \ln(\beta t + 1)$ , характерный для низких температур, где  $\Delta\sigma_r$  — падение напряжения за время  $t$ ,  $\alpha$  и  $\beta$  — параметры релаксации, зависящие от температуры и напряжения. При фиксированной температуре в интервале 25–300 К строили зависимости  $\alpha(\sigma)$  и  $\Delta\sigma_\varepsilon(\sigma)$  и путем экстраполяции определяли значения этих параметров при  $\sigma = \sigma_{0,2}$ . По результатам экстраполяции при различных температурах строили зависимости  $\alpha(T)$  и  $\Delta\sigma_\varepsilon(T)$ , по которым рассчитывали температурные зависимости активационного объема  $V(T)$ , пользуясь приближенными соотношениями  $\alpha = kT/V$  и  $V = kT\Delta \ln \dot{\varepsilon} / \Delta\sigma_\varepsilon$ , где  $k$  — постоянная Больцмана.

Экспериментальные зависимости  $\sigma_{0,2}(T)$  и  $V(T)$  использовали для анализа механизмов, контролирующей скорость пластической деформации УМЗ поликристаллов Cu–OF в изученном интервале температур.

### 3. Экспериментальные результаты

#### 3.1. Микроструктура

*EBSD анализ.* Карты EBSD, построенные по результатам сканирования плоской поверхности образцов I и II, иллюстрируют рис.1 и 2. В обоих случаях на участках сканирования наблюдается несколько крупных ( $> 5$  мкм) зерен, вытянутых вдоль направления экструзии (показано стрелками ED), и большое количество мелких зерен ( $< 1$  мкм). Фракция мелких

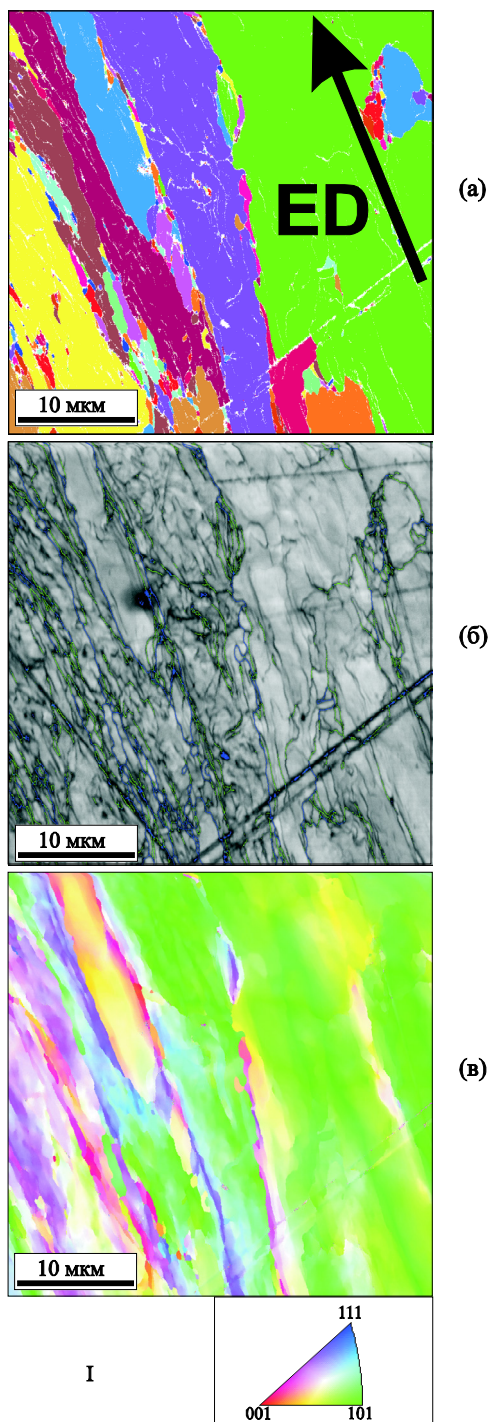


Рис. 1. (Онлайн в цвете) EBSD карты для образца I Cu-OF, иллюстрирующие размер зерен (а); разориентировку границ на углы 5–15° (синие линии) и 15–180° (зеленые линии) (б); ориентацию зерен (см. цветовой ключ) (в). ED — направление гидроэкструзии.

зерен, а также их форма зависят от схемы предварительной пластической деформации материала. Образцы II отличались от I тем, что их зерна имели более правильную форму и несколько меньший средний размер. Численные оценки среднего размера зерен  $d$ ,

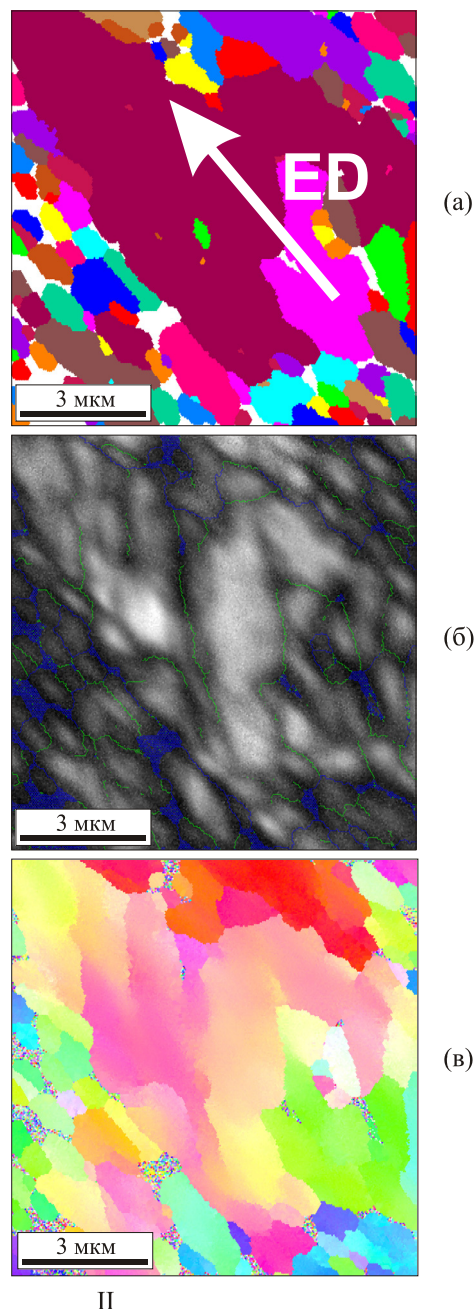


Рис. 2. (Онлайн в цвете) EBSD карты для образца II Cu-OF, иллюстрирующие размер зерен (а); разориентировку границ на углы 5–15° (синие линии) и 15–180° (зеленые линии) (б); ориентацию зерен (см. цветовой ключ) (в). ED — направление гидроэкструзии.

сделанные по результатам программного анализа их распределения по площади (без учета формы), приведены в табл. 1. Следует отметить, что зерна одного цвета на рис. 1(а) и 2(а) представляют собой области, в которых разориентация между соседними точками сканирования отличается менее чем на 1°. Таким образом, цвет зерен выбран произвольно и не связан с их взаимной разориентировкой.

Таблица 1. Параметры микроструктуры УМЗ поликристаллов Cu–OF

Параметр	Заготовка (поперечн./продольн. сечения)		Образец	
	после ГЭ	после УГЭ	I	II
<b>XRD анализ</b>				
Размер ОКР, $L$ , нм	85/55	65/70	80	70
Микродеформация, $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ , $10^{-3}$	1,4/1,1	1,8/1,8	1,6	2,3
Плотность дислокаций, $\rho$ , $10^{14}$ , $m^{-2}$	2,28/1,34	4,32/4,32	2,9	4,9
<b>EBSD анализ</b>				
Размер зерна, $d$ , мкм			0,6	0,5
Фракция МУГ (5–15°)			0,54	0,23
Фракция БУГ (15–180°)			0,46	0,77

Детали разориентировки зерен иллюстрируют карты границ (рис. 1(б), 2(б)) и карты обратных полюсных фигур (ОПФ), рис. 1(в) и 2(в). На рис. 1(б), 2(б) видна развитая система контрастов, соответствующих границам доменов. Статистический анализ углов разориентировки показал, что в образце II доля БУГ (с углами 15–180°) больше, чем в образце I (см. табл.1). Разориентировка в соседних точках сканирования больше 1° считалась границей, однако двойниковые границы при статистическом анализе не учитывались.

Карты ОПФ на рис. 1(в) и 2(в) иллюстрируют ориентацию зерен, которая определяется углом между кристаллографическим направлением и нормалью к поверхности образца, а цветовым ключом служит стереографический треугольник. Видно, что в заданной геометрии съемки ориентация крупных зерен в образце I преимущественно совпадает с направлением  $\langle 101 \rangle$  (рис. 1(в)). На участке сканирования образца II, рис. 2(в), наблюдается более равномерное распределение ориентаций с комбинацией между направлениями  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 101 \rangle$ . Кроме того, на соседнем участке сканирования с большей площадью в образце II наблюдалась преимущественная ориентация зерен в направлении  $\langle 111 \rangle$  (на рисунке не показано). Полученные результаты EBSD анализа текстуры плоских образцов I и II согласуются с данными о влиянии схемы гидроэкструзии на текстуру меди [13].

Следует отметить, что в ходе ГЭ и УГЭ, а также при подготовке поверхности образца для сканирования, как правило, увеличивается микродеформация решетки, что может отражаться на качестве сканирования вследствие размытия кикучи-полос. Возможно, этим объясняются наблюдаемые вариации комбинированной текстуры образца II на разных участках сканирования.

**XRD анализ.** Дальнейшее изучение текстуры Cu–OF проводили методом дифракции рентгеновских лучей в поперечном сечении ГЭ и УГЭ заготовок. На рис. 3 представлены прямые полюсные фигуры (ППФ)  $\{111\}$ ,  $\{100\}$  и  $\{110\}$ , полученные при съемке поперечного сечения заготовок в  $Co-K\alpha$  излучении. Видно, что в слу-

чае ГЭ (рис. 3(а)) полюсные фигуры в аксиальном направлении имеют более симметричный вид, чем в случае УГЭ (рис. 3(б)). Характер распределения полюсной плотности для ГЭ заготовки свидетельствует о доминировании аксиальной текстуры  $\langle 111 \rangle$  с высоким максимумом полюсной плотности 14. Для УГЭ заготовки характерна ограниченная аксиальная текстура с максимальной полюсной плотностью 3.3. Картина распределения полюсной плотности на ППФ  $\{111\}$  и  $\{100\}$ , наблюдаемая в случае УГЭ заготовки, свидетельствует о доминировании ориентировок, типичных для микроструктуры после идеальной УГЭ [13].

Анализ текстуры заготовок методом обратных полюсных фигур подтвердил, что в результате ГЭ плоскости  $\{111\}$  зерен ориентируются преимущественно перпендикулярно направлению экструзии, тогда как после четырех проходов УГЭ распределение полюсной плотности на ОПФ в направлении экструзии является более равномерным со слабым превалированием плоскостей  $\{012\}$ ,  $\{013\}$  и  $\{025\}$ .

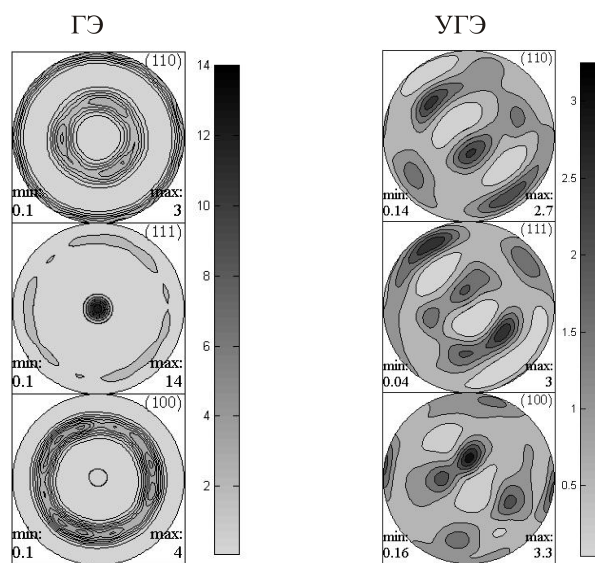


Рис. 3. Прямые полюсные фигуры в поперечном сечении заготовок Cu–OF: после ГЭ и после четырех проходов УГЭ.

Полученные результаты XRD анализа аксиальной текстуры заготовок качественно согласуются с результатами EBSD анализа текстуры плоских образцов I и II, вырезанных из заготовок в направлении экструзии.

Изучение микроструктуры заготовок Cu–OF проводили путем анализа физического уширения профилей рентгеновских пиков при съемке в поперечном и продольном сечении заготовки. Вследствие текстуры соотношение интенсивностей пиков на дифрактограммах для массивных ГЭ и УГЭ заготовок отличалось от соотношений, характерных для порошковой меди. По этой же причине интенсивность рефлекса (111) при съемке в поперечном сечении ГЭ заготовки была значительно выше, чем УГЭ заготовки.

При сравнении дифрактограмм установлено, что полуширина дифракционных рефлексов УГЭ заготовки увеличивается по сравнению с ГЭ, однако в обоих случаях физическое уширение линий немонотонно увеличивается с ростом порядка рефлексов, что обычно связывают с наличием искажений решетки, обусловленных дислокациями [18].

В связи с наблюдаемой анизотропией искажений решетки для определения размеров кристаллитов, степени искажения решетки и оценки средней плотности дислокаций использовался модифицированный метод Вильямсона–Холла [19]. Результаты расчетов параметров микроструктуры заготовок Cu–OF, подвергнутых ГЭ и УГЭ, представлены в табл. 1.

Как видно из таблицы, в разных сечениях размеры ОКР  $L$  заметно отличаются только для ГЭ заготовок, что, по-видимому, связано с особенностями деформации кристаллитов при прямой экструзии. Параметр  $L$  слабо зависит от схемы экструзии, а уровень микродеформаций решетки после УГЭ несколько выше, чем после ГЭ. Как следствие, средняя плотность дислокаций после УГЭ оказывается несколько выше, чем после ГЭ (см. табл. 1).

Следует отметить, что значения параметров микроструктуры меди, приведенные в табл. 1, характерны для указанных выше эквивалентных значений интенсивной пластической деформации [12,13,20,21]. Поскольку рентгеновские оценки размеров ОКР почти на порядок отличаются от оценок среднего размера домена (зерна) по данным EBSD, можно предположить, что после УГЭ и ГЭ зерна имеют развитую субструктуру в виде дислокационных или двойниковых границ.

Для корректного сопоставления микроструктуры и механических свойств поликристаллов Cu–OF были проведены дополнительные XRD исследования плоских образцов, вырезанных из заготовок, непосредственно перед их низкотемпературной пластической деформацией. Съемки плоской поверхности образцов I и II (параллельной направлению экструзии) проводили в Cu-K $\alpha$  излучении. На полученных дифрактограммах

интенсивность рефлекса (111) для образца I была значительно ниже, чем для образца II. С учетом взаимноперпендикулярной геометрии съемок заготовки и образца такое соотношение интенсивностей указывает на то, что образцы I и II сохраняют текстуру соответствующих заготовок.

Результаты анализа классическим методом Вильямсона–Холла профилей рентгеновских пиков при облучении плоских образцов I и II приведены в табл. 1. Видно, что несмотря на различия в методике и геометрии съемок, численные оценки параметров микроструктуры образцов I и II удовлетворительно согласуются с параметрами микроструктуры соответствующих ГЭ и УГЭ заготовок.

Таким образом, образцы II, полученные путем четырех проходов УГЭ, отличаются от образцов I после ГЭ меньшим размером зерен, повышенной долей БУГ, повышенной плотностью дислокаций и отсутствием острой текстуры.

### 3.2. Пластическая деформация

*Кривые растяжения.* На рис. 4 представлены кривые растяжения  $\sigma$ – $\epsilon$  ультрамелкозернистых образцов I и II Cu–OF при трех различных температурах. Видно, что с уменьшением температуры 1) напряжение течения всех образцов увеличивается, причем при фиксированной температуре прочность образцов I выше, чем II; 2) пластичность всех образцов увеличивается, причем пластичность образцов I при температуре 77 К значительно выше, чем II. При температуре 4,2 К на кривых  $\sigma$ – $\epsilon$  наблюдаются периодические скачки напряжения, т.е. пластическое течение ГЭ и УГЭ поликристаллов становится макроскопически неустойчивым после некоторой критической деформации, которая указана вертикальными стрелками. Амплитуда и частота скачков напряжения увеличиваются с деформацией, но, по-видимому, слабо зависят от схемы гидроэкструзии.

Примеры кривых релаксации в координатах «падение напряжения  $\Delta\sigma$ –время  $t$ » при двух температурах приведены на вставке, рис. 4. Видно, что скорость и глубина релаксации зависят от микроструктуры поликристалла, а также от температуры: чем ниже температура, тем больше глубина релаксации напряжения при фиксированном времени эксперимента.

В данной работе особое внимание уделяется влиянию микроструктуры и температуры на предел текучести материалов, поэтому анализ предельных характеристик их прочности и пластичности, скорости деформационного упрочнения и устойчивости образцов при растяжении, в том числе развитие низкотемпературной скачкообразной деформации, будут рассмотрены в следующей работе.

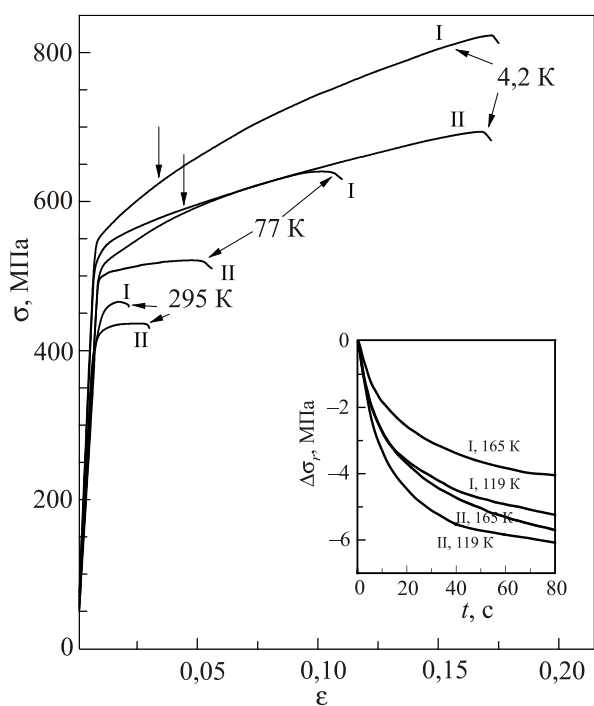


Рис. 4. Кривые растяжения УМЗ поликристаллов Cu–OF в истинных координатах при трех различных температурах: образцы после ГЭ (I) и 4УГЭ (II). Вертикальными стрелками показано начало скачкообразной деформации. На вставке: первые кривые релаксации напряжения для образцов I и II при двух температурах.

**Предел текучести.** Температурные зависимости условного предела текучести  $\sigma_{0,2}(T)$  образцов I и II представлены на рис. 5(а). Для сравнения приведены некоторые литературные данные [20–25], свидетельствующие о сильной зависимости предела текучести от конкретной микроструктуры меди при  $T \leq 300$  К. Видно, что образцы I и II, полученные путем гидроэкструзии, несколько прочнее, чем поликристаллы, полученные путем прессования (см., например, [20,22]), однако во всех случаях  $\sigma_{0,2}$  уменьшается при повышении температуры.

Кривые  $\sigma_{0,2}(T)$  для образцов I и II подобны и могут быть условно разбиты на два участка: в интервале 4,2–77 К наблюдается «плато», а в интервале 77–300 К предел текучести монотонно уменьшается при повышении температуры. Аналогичный вид  $\sigma_{0,2}(T)$  ранее наблюдался в [20,22,24], где отмечалось, что поведение  $\sigma_{0,2}(T)$  при  $T \geq 77$  К характерно для механизма термически активированной пластической деформации меди, который обсуждался в [26]. Однако низкотемпературное «плато» при  $T \leq 77$  К, которое не соответствует данному механизму, для монокристаллов и крупнозернистых (отожженных) поликристаллов меди не наблюдалось [26,27].

Согласно теориям упрочнения [8,9], из-за большего размера зерна  $d$  и меньшей плотности дислокаций  $\rho$  (см. табл.1) предел текучести  $\sigma_{0,2}$  образцов I должен

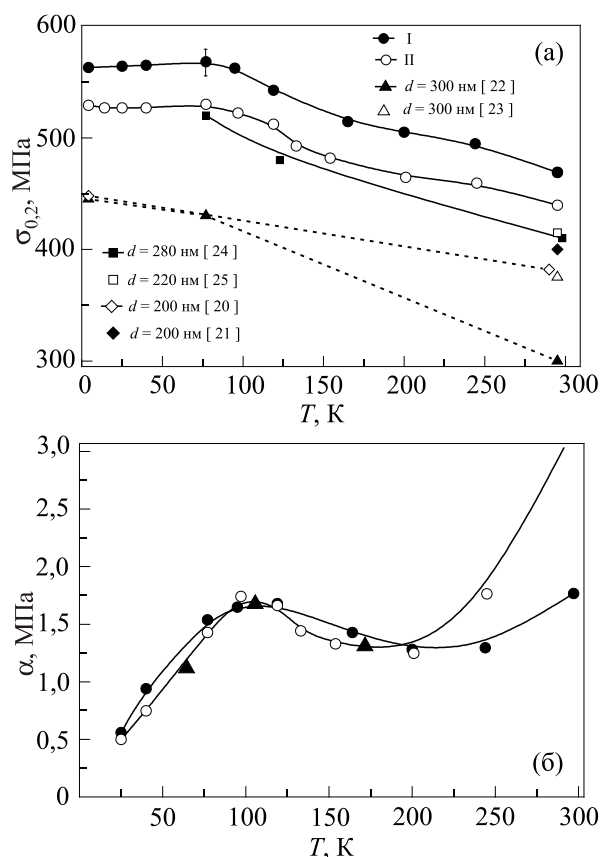


Рис. 5. Температурные зависимости условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  (а) и параметра релаксации напряжения  $\alpha$  для УМЗ поликристаллов Cu–OF (б). (●) — образцы I после ГЭ; (○) — образцы II после 4 проходов УГЭ; (▲) — данные экспериментов с изменением скорости деформации.

быть меньше, чем II, однако в эксперименте наблюдается обратное соотношение, которое, очевидно, обусловлено разной ориентационной текстурой образцов.

**Релаксация и скоростная чувствительность напряжения.** Экспериментальные кривые релаксации напряжения, согласно расчетам, удовлетворительно аппроксимировались логарифмическим законом  $\Delta\sigma_p(t) = a \ln(\beta t + 1)$  в интервале температур 25–300 К. Для образцов I и II глубина релаксации напряжения за время  $t \approx 80$  с монотонно увеличивалась с деформацией (напряжением) и понижением температуры, как это ранее наблюдалось для моно- и обычных поликристаллов меди [28].

Экстраполяция зависимостей  $\alpha(\sigma)$  при фиксированных температурах позволяет определить значения  $\alpha$  при  $\sigma = \sigma_{0,2}$  и построить зависимости  $\alpha(T)$ , которые представлены на рис. 5 (б). Кривые  $\alpha(T)$  имеют сложный вид с максимумом при  $T \approx 100$  К, характерным для термически активированной пластичности, и минимумом при  $T \approx 200$ –250 К.

На рис. 5(б) также приведены значения параметра  $\Delta\sigma_\varepsilon / \Delta \ln \dot{\varepsilon}$ , где  $\Delta\sigma_\varepsilon$  — скачок напряжения при изменении скорости пластической деформации  $\dot{\varepsilon}$  от  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup>

до  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Как видно на рисунке, параметр скоростной чувствительности при трех контрольных температурах и напряжениях  $\sigma \approx \sigma_{0,2}$  и параметр релаксации напряжения близки по величине, что подтверждает справедливость приближенного соотношения  $V = kT \Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \sigma_{\dot{\epsilon}}$ .

Учитывая, что  $\alpha = MkT/V$ , с помощью данных на рис. 5(б) можно получить температурные зависимости скоростной чувствительности напряжения сдвига и активационного объема, необходимые для дальнейшего анализа.

#### 4. Обсуждение результатов

##### 4.1. Влияние микроструктуры

В качестве основных характеристик микроструктуры поликристаллов Cu-OF, определяющих их механические свойства, рассмотрим средний размер зерна, среднюю плотность дислокаций и ориентационную текстуру. Как показано в разд. 3, поликристаллы, полученные путем ГЭ и УГЭ, являются ультрамелкозернистыми, причем размер зерна после УГЭ несколько меньше, а доля большеугловых границ и плотность дислокаций больше, чем после ГЭ (см. табл.1). Основное отличие поликристаллов заключается в том, что в результате прямой ГЭ формируется острая текстура (111), а после четырех проходов УГЭ — комбинированная текстура, характерная для случая деформации по маршруту  $B_c$ , со сдвигом в плоскости пересечения каналов матрицы [12,13].

При обсуждении термически активированной пластической деформации напряжение течения поликристалла при не слишком больших деформациях часто представляют в виде суммы внутреннего и эффективного напряжений [29]:

$$\sigma_{0,2}(T) = \sigma_i + \sigma^*(T, \dot{\epsilon}), \quad (1)$$

где  $\sigma_i = \sigma_d + \sigma_{\mu}$  — дальнедействующее (внутреннее) напряжение, которое в общем случае обусловлено взаимодействием скользящих дислокаций с границами зерен и упругими полями других дислокаций и зависит от температуры только в меру слабой температурной зависимости модуля сдвига  $\mu(T)$ ;  $\sigma^*$  — эффективное напряжение, которое в отсутствие иных локальных препятствий обусловлено термически активированным пересечением дислокаций «леса».

Предположим, что зависимость  $\sigma_d(d)$  описывается соотношением Холла–Петча [9], а  $\sigma_{\mu}(\rho)$  — соотношением Тейлора [8], тогда для критического напряжения сдвига получим выражение

$$\tau_0 = \sigma_{0,2}/M = Kd^{-1/2} + \alpha\mu b\rho^{1/2} + \tau^*, \quad (2)$$

где  $K$  — коэффициент Холла–Петча,  $\alpha$  — постоянная взаимодействия дислокаций,  $b$  — длина вектора Бюргера,

$M$  — ориентационный фактор Тейлора, который зависит от текстуры.

Согласно модели [30], основанной на анализе упругих констант меди [31], при случайной ориентации зерен среднее значение  $M \approx 3,06$ , а при наличии (111) текстуры ориентационный фактор увеличивается до  $M_{111} \approx 3,67$ . С учетом данных о текстуре образцов II и I (см. разд. 3) указанные значения  $M$  и  $M_{111}$  могут быть использованы в (2) для расчета напряжений сдвига. На рис. 6(а) приведены температурные зависимости критического напряжения сдвига  $\tau_0(T)$ , которые рассчитаны по кривым  $\sigma_{0,2}(T)$  (см. рис. 5(а)) для образцов II и I с помощью (2)

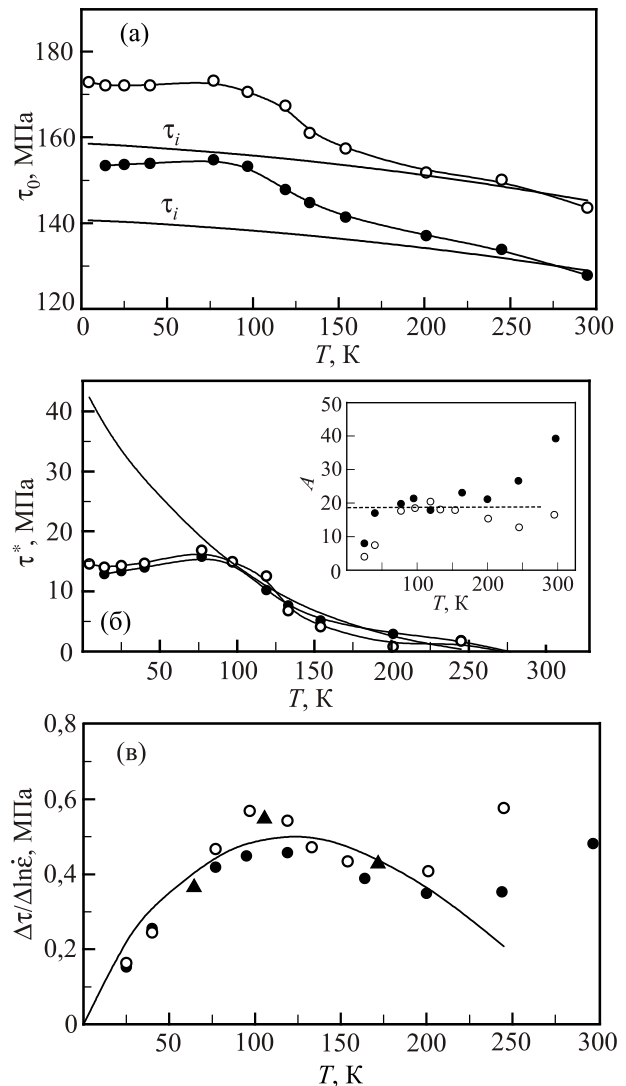


Рис. 6. Температурные зависимости критического напряжения сдвига  $\tau_0$  (а), эффективного напряжения  $\tau^*$  (б) и скоростной чувствительности напряжения  $\Delta\tau / \ln \dot{\epsilon}$  (в) для УМЗ поликристаллов Cu-OF. Обозначения те же, что и на рис.5; (▲) — данные экспериментов с изменением скорости деформации. Сплошные линии — результаты расчетов по формулам (5) и (6) (см. текст). На вставке: зависимости параметра  $A$  от температуры, рассчитанные по формуле (8).



при значениях  $M \approx 3,06$  и  $M_{111} \approx 3,67$  соответственно. Видно, что с учетом разной ориентационной текстуры напряжение сдвига  $\tau_0$  образцов II несколько выше, чем образцов I, что соответствует оценкам размера зерна и плотности дислокаций. Так, при значениях  $d$  и  $\rho$  из табл.1 для образцов I и II величина  $\tau_0$  составляет  $\sim 126$  МПа и  $\sim 146$  МПа соответственно. При расчетах были использованы следующие значения параметров, входящих в выражение (2):  $K \approx 0,056$  МПа·м<sup>1/2</sup>, рассчитано согласно модели [32] при  $M \approx 3,06$  с учетом данных эксперимента, полученных в [22] для бестекстурных УМЗ поликристаллов меди;  $\alpha = 0,3$ ;  $b = 0,256$  нм;  $\mu = 42$  ГПа, рассчитано для упругих постоянных, полученных в [31]. Расчетные значения  $\tau_0$  удовлетворительно согласуются с данными эксперимента на рис. 6(а) при  $T = 300$  К, когда эффективное напряжение  $\tau^*$  предполагается минимальным, и им в выражении (2) можно пренебречь, считая  $\tau_0 \approx \tau_i(d, \rho) = Kd^{1/2} + \alpha\mu b\rho^{1/2}$ .

#### 4.2. Влияние температуры

*Интервал температур 77–200 К.* Зависимости  $\tau_0(T)$  на рис. 6(а) состоят из двух участков: при  $T \leq 77$  К наблюдается плато, а в интервале 77–300 К напряжение уменьшается с ростом температуры. В то же время зависимости  $\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon}(T)$  на рис. 6(в), рассчитанные по данным на рис. 5(б) с учетом текстуры и характеризующие скоростную чувствительность напряжения, в интервале 25–200 К имеют максимум. Согласно [33], в интервале 77–200 К обе зависимости на рис. 6 характерны для механизма термически активированной пластической деформации путем открепления дислокаций от локальных препятствий под действием приложенного напряжения.

Для описания кинетики пластической деформации при термофлуктуационном движении дислокаций через систему однотипных короткодействующих препятствий воспользуемся соотношением Аррениуса

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp \left\{ -\frac{H(\tau^*)}{kT} \right\}, \quad (3)$$

где  $\dot{\epsilon}_0$  зависит от частоты попыток преодоления барьера и не зависит от напряжения и температуры,  $H$  — эффективная энергия (энтальпия) активации,  $k$  — константа Больцмана.

Зависимость  $H(\tau^*)$  определяется силовым законом взаимодействия дислокации с центром закрепления (препятствием), а также статистикой распределения препятствий вдоль дислокации. В большинстве физически обоснованных случаев эта зависимость хорошо аппроксимируется выражением, предложенным в [33]:

$$H(\tau^*) = H_0 \left[ 1 - (\tau^*/\tau_c)^p \right]^q, \quad (4)$$

где  $H_0$  — энтальпия активации при  $\tau^* = 0$ ;  $\tau_c$  — пороговое напряжение при  $T = 0$  К, численные параметры  $0 \leq p \leq 1$ ,  $1 \leq q \leq 2$  зависят от статистики распределения препятствий вдоль дислокации и формы потенциального барьера, создаваемого препятствием.

Из соотношений (2)–(4) в [32] получены следующие выражения, удобные для дальнейшего анализа экспериментальных данных:

$$\tau_0(T) = \tau_i + \tau_c \left[ 1 - (T/T_0)^{1/q} \right]^{1/p}, \quad (5)$$

$$(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T = \tau_c (pqA)^{-1} (T/T_0)^{1/q} \left[ 1 - (T/T_0)^{1/q} \right]^{(1-p)/p}, \quad (6)$$

где  $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$ ,  $T_0 = H_0/kA$ ,  $(7)$

Из (5) и (6) вытекает соотношение

$$A = -T(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T^{-1} d\tau_0/dT, \quad (8)$$

которое позволяет получить эмпирические оценки параметра  $A$ . Согласно [33,34], соотношения (3) и (4) корректно описывают процесс термически активированной пластической деформации в интервале температур, где параметр  $A$  не зависит от температуры. Согласно (5) и (6), напряжение  $\tau^*$  монотонно убывает при повышении температуры, а величина  $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T$  достигает максимума при  $T_m = p^q T_0$  и обращается в нуль при  $T = 0$  К и  $T = T_0$ .

Согласно [34], при термоактивационном анализе необходимо учитывать, что параметры  $\tau_i$ ,  $\tau_c$ ,  $H_0$  в (2)–(4) зависят от температуры вследствие температурной зависимости  $\mu(T)$ . Считая для простоты температурные зависимости указанных параметров одинаковыми, дальнейшие расчеты проводили с учетом их нормировки (умножения) на безразмерную функцию  $\mu(T)/\mu(0)$ , где  $\mu(T)$ , рассчитанную по комбинации упругих постоянных из [31], аппроксимировали полиномом

$$\mu(T) = 46 - 5,7 \cdot 10^{-3} T - 2,5 \cdot 10^{-5} T^2. \quad (9)$$

Теоретические зависимости (5) и (6), построенные с учетом нормировки (9), показаны сплошными линиями на рис. 6. Видно, что при оптимальных значениях параметров, приведенных в табл. 2, соотношения (3) и (4) удовлетворительно описывают данные эксперимента только в интервале температур 77–200 К.

Зависимости  $\tau_0(T)$  для образцов I и II (рис. 6(а)) отличаются лишь величиной внутреннего (дальнодействующего) напряжения  $\tau_i$ , которое обусловлено микроструктурой образцов. Несмотря на разную микроструктуру, зависимости  $\tau^*(T)$  на рис. 6(б) описываются выражениями (3), (4) с практически одинаковыми значениями параметров (см. табл. 2), что указывает на единый механизм термически активированной пластической деформации для образцов I и II.

Таблица 2. Эмпирические значения параметров в соотношениях (3)–(8)

Образец	$p$	$q$	$\tau_i$ , МПа	$\tau_c$ , МПа	$T_0$ , К	$A$	$T_m$ , К	$H_0$ , эВ
I	0,47	1,16	140	33	320	18,8	125	0,52
II	0,46	1,18	160	34	330	19,0	124	0,54

Как сказано выше, в поликристаллах Cu–OF наиболее вероятным механизмом, контролирующим скорость пластической деформации в этом интервале температур, является термически активированное пересечение дислокаций «леса». Значение  $q = 1,18$  свидетельствует о том, что форма потенциального барьера, образованного дислокацией «леса», близка к прямоугольной ( $q = 1$ ). Это, во-первых, соответствует результатам анализа формы потенциального барьера при пересечении дислокаций в монокристаллах меди [26], во-вторых, подтверждает корректность аппроксимации кривых релаксации напряжения с помощью логарифмического закона. Значения  $T_m = p^q T_0$ , рассчитанные по данным в табл. 2, согласуются с температурой максимума кривых, рис. 6(в). Слабая зависимость параметра  $A$ , рассчитанного по формуле (8) с учетом (9), от микроструктуры и температуры в интервале 77–200 К (см. вставку, рис.6 (а)) обосновывает использование выражений (3) и (4).

Как правило, при термоактивационном анализе предполагается, что длина дислокационного сегмента, участвующего в элементарном акте пластической деформации, зависит от эффективного напряжения:  $L(\tau^*) \sim (\tau^*)^{p-1}$  [11]. Значение параметра  $p = 0,46$  в нашем случае не соответствует статистике Фриделя ( $p = 2/3$ ) [35], что затрудняет оценку эффективной концентрации локальных барьеров, образованных дислокациями «леса». Дополнительные трудности возникают при оценке энергии активации таких барьеров в ГЦК металлах со средней и низкой энергией дефекта упаковки, к которым относится медь, из-за значительных расстояний между частичными дислокациями.

Согласно [35], процесс пересечения двух дислокаций под действием внешней силы заключается в образовании перетяжек (constictions) между частичными дислокациями и лишь затем, — в пересечении с образованием ступенек (jogs). Зависимости силы взаимодействия между скользящей дислокацией и дислокацией «леса» от расстояния и напряжения течения от температуры проанализированы в [26] на основе гипотезы о том, что пересечение дислокаций может одновременно являться источником дальнего действия и короткодействующего взаимодействий. В рамках этой гипотезы образование перетяжек на диссоциированных дислокациях связано с упругим взаимодействием и дает вклад в основном в дальнее действующее (атермическое) напряжение, а образование ступенек (на расстояниях между дислокациями порядка длины вектора Бюргерса) дает вклад в эффективное напряжение.

В случае меди, где расщепление дислокаций составляет порядка  $10b$  [37], доля эффективного напряжения  $\tau^*$  в (2) не превышает 5–7 %, т.е.  $\tau_0$  слабо зависит от температуры. Поэтому определить методом [29] по данным эксперимента характерную температуру  $T_0$ , при которой  $\tau^* = 0$ , и оценить энергетический параметр барьера  $H_0$  с помощью (5) затруднительно. Лучший результат достигается при совместном анализе соотношений (5) и (6), процедура которого предложена в [34]. Полученные таким образом значения  $T_0 = 330$  К и  $H_0 = 0,54$  эВ, по-видимому, характеризуют потенциальный барьер, который согласно [26] связан с образованием ступеньки на расстоянии порядка  $b$  между взаимодействующими дислокациями. В модели [26] область упругого взаимодействия при пересечении дислокаций пропорциональна их расщеплению, а угол пересечения может изменяться в широких пределах, следовательно, погрешность при разделении компонент напряжения  $\tau_i$  и  $\tau^*$  в (5) и при оценке параметров  $T_0$  и  $H_0$  в меди будет увеличиваться с увеличением плотности дислокаций. Возможно, поэтому в [26] максимальная сила взаимодействия дислокаций в монокристалле меди составляет примерно  $0,23\mu b^2$ , что соответствует энергии активации порядка 1 эВ, т.е. вдвое больше наших оценок для УМЗ меди, где плотность дислокаций, по крайней мере, на три порядка выше, чем в монокристалле.

*Низкотемпературные аномалии пластичности.* Как видно на рис. 6(а), экспериментальные кривые  $\tau_0(T)$  отклоняются от теоретической зависимости (5). При  $T < 77$  К с понижением температуры напряжение не увеличивается, а  $d\tau_0/dT \approx 0$ . На рис. 7 видно, что в этом же интервале температур активационный объем  $V$  при понижении температуры не стремится к нулю, как это следовало бы из (6). Важно отметить, что в моно- и обычных поликристаллах меди такие аномалии не наблюдаются [26] и возникают лишь в твердых растворах меди [36], где роль локальных препятствий выполняют атомы примеси. Следовательно, одним из условий аномальной пластичности является высокая концентрация локальных барьеров дислокационной или примесной природы.

Физические механизмы, действием которых можно объяснить низкотемпературные аномалии пластичности, рассматривались, например, в работе [38]. Одна из распространенных гипотез основана на том, что при определенных условиях движение дислокаций может влиять на их открепление от препятствий без термиче-

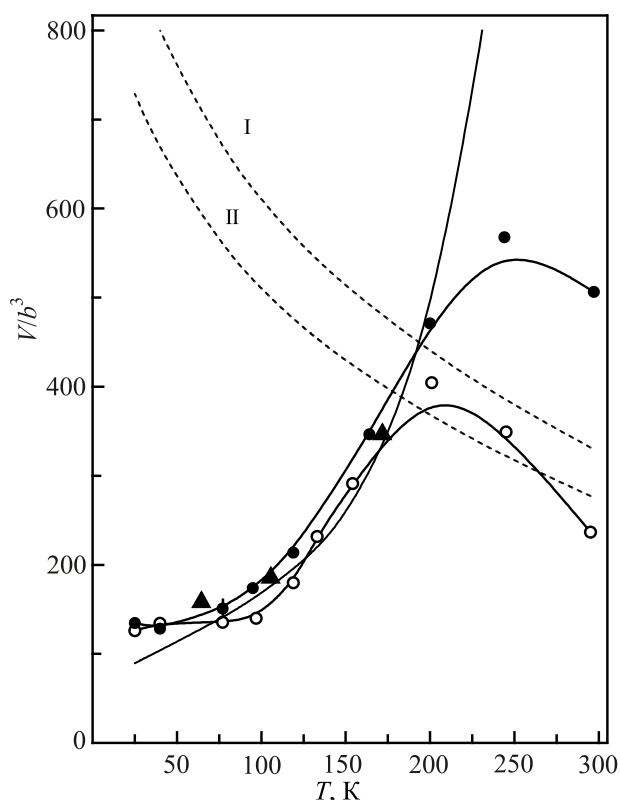


Рис. 7. Температурные зависимости активационного объема  $V$  пластической деформации УМЗ поликристаллов Cu-OF. Обозначения те же, что и на рис. 5; ( $\blacktriangle$ ) — данные экспериментов с изменением скорости деформации. Сплошная линия — теоретическая зависимость для механизма пересечения дислокаций «леса», рассчитанная по формуле (6); пунктирные линии — теоретические зависимости для механизма открепления в границах зерен, рассчитанные для образцов I и II по формуле (15) (см. текст).

ской активации, а за счет инерционных свойств [39,40]. Такими условиями являются высокое эффективное напряжение  $\tau^*(T)$  и низкий коэффициент динамического трения дислокаций  $B(T) = B_{ph}(T) + B_e$ , где  $B_{ph}(T)$  — его фонная компонента,  $B_e$  — атермический вклад электронов проводимости. При этих условиях сегмент дислокации с линейной плотностью массы  $m$  и длиной  $L$ , которая определяется расстоянием между точками закрепления, может перейти в незадемпфированное состояние, когда время затухания его собственных колебаний сравнимо со временем ожидания благоприятной термической флуктуации. В результате флуктуационный отрыв от отдельного барьера сопровождается продвижением дислокации через большое количество соседних барьеров (анзиппинг). Условием незадемпфированности дислокаций является одновременное выполнение двух неравенств:

$$\tau_0 - \tau_i = \tau^*(T) > 0,5\tau_c, \quad (10)$$

$$B(T)L < 2\pi(mE_L)^{1/2}, \quad (11)$$

здесь  $E_L$  — линейное натяжение дислокации. Вследствие увеличения  $\tau^*$  и уменьшения  $B$  при понижении температуры вероятность выполнения этих неравенств увеличивается.

В нашем случае, согласно табл. 2 и данным на рис. 6(в), неравенство (10) выполняется при  $T < 77$  К. Для проверки условия (11) воспользуемся приближенными оценками  $E_L \approx 0,5\mu b^2$ ,  $m \approx 0,5\rho_m b^2$  ( $\rho_m$  — плотность кристалла). Принимая для коэффициента трения в меди в области низких температур значение  $B = 2 \cdot 10^{-5} \text{ Нм}^{-2} \text{ с}$  [41] и полагая  $\mu \approx 4,6 \cdot 10^{10} \text{ Па}$ ,  $\rho_m \approx 8,9 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$ , получим условие выполнения (11):  $L < 2 \cdot 10^{-7} \text{ м}$ . Такой длине сегмента соответствует плотность дислокаций «леса»  $\rho > 10^{14} \text{ м}^{-2}$ , которая по порядку величины соответствует данным в табл. 1. Таким образом, аномальные участки температурных зависимостей на рис. 6(в) и 7 при  $T < 77$  К можно объяснить проявлением инерционных свойств дислокаций. Как показано в [42] методами моделирования, признаками инерционных эффектов при термофлуктуационном откреплении дислокаций от локальных препятствий, являются: а) уменьшение до нуля и изменение знака производной  $d\tau^*/dT$ ; б) увеличение активационного объема  $V$  по сравнению с чисто термофлуктуационным движением как следствие анзиппинга; в) высокая пороговая температура аномалии при высокой концентрации локальных препятствий. При этом конкретный вид аномалии зависит от «мощности» препятствия и других параметров процесса анзиппинга. Наблюдаемые в настоящей работе низкотемпературные аномалии качественно согласуются с перечисленными признаками термоинерционного механизма пластической деформации.

**Высокотемпературная аномалия пластичности.** Экспериментальные кривые  $V(T)$  на рис. 7 отклоняются от теоретической зависимости (6), предусмотренной термофлуктуационным механизмом пересечения дислокаций: при  $T > 200\text{--}250$  К активационный объем уменьшается с ростом температуры. Ранее инверсия зависимости  $V(T)$  в УМЗ меди в этом же интервале температур наблюдалась в [24,43].

Для объяснения аномальной зависимости скоростной чувствительности напряжения или активационного объема от температуры в [24] привлекалась модель термически активированного открепления дислокаций от локальных препятствий в границе зерна под действием приложенного напряжения, предложенная в [44] для поликристаллов с размером зерна 30–500 нм.

Модель основана на том, что площадь, заматаемая дислокацией при элементарном акте пластической деформации — откреплении дуги дислокации от барьера шириной  $w$ , определяется ее радиусом кривизны  $r \sim (\tau^*)^{-1}$  при данной температуре, а также наиболее вероятным расстоянием  $L^*$  между барьерами,

зависящим от размера зерна  $d$ . Как следует из данной модели, чем выше температура, тем меньше величина эффективного напряжения  $\tau^*(T)$  и больше критический радиус открепления  $r(T)$ .

Связь  $r$ ,  $L^*$  и  $\tau^*$  с учетом принятых ранее в [45] аппроксимаций для линейного натяжения дислокации описывается выражением

$$r = (\mu b / 4\pi\tau^*) \ln(L^*/10b) = (L^*/2) \left[ 1 - (kT \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})/H_0)^{1/q} \right]^{-1/p}. \quad (12)$$

Здесь эффективное напряжение  $\tau^*$ , как и для механизма пересечения дислокаций, определяется термофлуктуационными соотношениями (3) и (4), а критическое напряжение безактивационного отрыва от препятствия определяется выражением [44]

$$\tau_c = (\mu b / 2\pi L^*) \ln(L^*/10b), \quad (13)$$

В результате анализа статистики зернограничных источников для наиболее вероятного расстояния между препятствиями  $L^*$  в [44] получено выражение

$$L^* = (d + \lambda) / 3, \quad (14)$$

где  $\lambda \approx 10$  нм — минимальная длина источника, вытекающая из условия теоретической прочности  $\mu b/L^* \leq \mu/30$ .

Площадь  $s^*$ , заметаемая дислокацией при переходе из положения равновесия в седловую точку, согласно геометрической оценке с учетом (12)–(14) (см. выражение (13) в [44]) определяется соотношением

$$s^* = r^2 \arcsin \left[ (L^* + w) / 2r \right] - 0,5(L^* + w) \left[ r^2 - 0,25(L^* + w)^2 \right]^{1/2} - r^2 \arcsin(L^*/2r) + 0,5L^* \left[ r^2 - 0,25L^{*2} \right]^{1/2}. \quad (15)$$

Из (12)–(15) следует, что активационный объем  $V = s^*b$  монотонно уменьшается с уменьшением зерна и увеличением температуры.

Удовлетворительное согласие модели [44] с экспериментом при  $T \geq 200$  К получено в [24], где при расчетах с помощью (12)–(15) для меди с размером зерна  $d = 280$  нм рассматривалась единственная комбинация параметров:  $p = 1$ ,  $q = 1,5$ , при которой оптимальное значение энергии активации в (3) составляло порядка 2 эВ.

При оценке экспериментальных зависимостей  $V(T)$ , представленных на рис. 7, с помощью модели [44] мы предположили для простоты, что соответствующий потенциальный барьер имеет прямоугольную форму ( $q = 1$ ), а зависимость  $L^* = L^*(\tau^*)$  описывается статистической Фриделя ( $p = 2/3$ ). Результаты расчетов по формулам

(12)–(15) приведены на рис. 7 (пунктирные линии для образцов I и II). Расчеты проводили при соответствующих  $d$  из табл. 1 и следующих значениях параметров модели:  $\ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon}) = 25$ ,  $H_0 = 2,1$  эВ и  $w = 1,5b$ . При этих условиях обе пунктирные линии качественно описывают инверсию  $V(T)$  на рис. 7 при  $T \geq 200$  К, при этом теоретические оценки лучше согласуются с экспериментальными точками для образца II. Этот результат можно объяснить тем, что при условии  $d > 500$  нм и сравнительно низкой доле большеугловых границ в образце I (см. табл. 1) использование модели, предложенной в [44], может приводить к большой погрешности. Тем не менее модель корректно описывает увеличение  $V$  с ростом  $d$  при постоянной температуре эксперимента. Величине энергетического параметра барьера  $H_0 = 2,1$  эВ, которая согласуется с данными в [24], соответствует гипотетическая пороговая температура  $T_0 \approx 974$  К, выше которой данный механизм становится неэффективным. Согласно расчетам, значение  $\tau_c \approx 50$  МПа для образца II сравнимо со значениями, характерными для механизма пересечения дислокаций, однако величина параметра  $\tau_i \approx 20$  МПа почти на порядок ниже, чем в случае пересечения. В модели [44] это объясняется эффектом экранировки дальнедействующих полей дислокации вблизи некогерентной границы зерна, который ранее обсуждался в [45].

Следует отметить, что вследствие ИПД предыстории УМЗ образцов I и II предел их текучести при растяжении в определенном смысле соответствует напряжению на поздней стадии пластической деформации, где в обычных ГЦК поликристаллах существенную роль играет поперечное скольжение дислокаций. Как показано в [37], при  $T \geq 250$  К активация поперечного скольжения в меди сопровождается уменьшением активационного объема до минимума с ростом  $T$ , а энтальпия активации составляет примерно  $0,47 \pm 0,16$  эВ, т.е. сравнима с величиной параметра  $H_0$  для пересечения «леса» (см. табл. 2). В то же время полная энергия барьера при поперечном скольжении в [37] составляет порядка  $1,15 \pm 0,37$  эВ, а энергия образования одной перетяжки равна  $0,86 \pm 0,13$  эВ. Эти значения близки к оценкам в [46] энергии образования перетяжек и ступенек при пересечении дислокаций в меди, которая составляет 1–1,2 эВ. Полученные оценки энергии активации различных дислокационных механизмов указывают на то, что термически активированный процесс поперечного скольжения дислокаций может оказывать существенное влияние на вид температурных зависимостей параметров пластической деформации УМЗ поликристаллов меди в интервале температур 4,2–300 К.

## 5. Заключение

В работе изучены основные характеристики микроструктуры УМЗ поликристаллов бескислородной меди Cu–OF, полученных путем прямой и равноканальной

угловой гидроэкструзии. Установлено, что повышение прочности поликристаллов в результате экструзии определяется не только увеличением плотности границ зерен и дислокаций, но и ориентационной текстурой, которая существенно зависит от схемы гидроэкструзии.

Получены температурные зависимости предела текучести и скоростной чувствительности деформирующего напряжения в экспериментах по растяжению поликристаллов и релаксации их напряжения в малоизученном интервале температур 4,2–300 К. В результате термоактивационного анализа этих зависимостей установлено, что в интервале температур 77–200 К пластическая деформация определяется термически активированным механизмом пересечения дислокаций «леса», получены эмпирические оценки параметров этого механизма.

Обнаружены отклонения (аномалии) температурных зависимостей параметров пластичности от закономерностей простого механизма пересечения при температурах ниже 77 К и выше 200 К. Показано, что низкотемпературные аномалии обусловлены действием механизма термоинерционного движения дислокаций, а высокотемпературная аномалия может объясняться активацией механизма открепления дислокаций от локальных препятствий в границе зерна.

1. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Prog. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
2. R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Longdon, M.J. Zehetbauer, and Y.T. Zhu, *J. Mater.* **58**, 33 (2006).
3. Y. Estrin and A. Vinogradov, *Acta Materialia* **61**, 782 (2013).
4. H. Conrad, *Metall Mater Trans A* **35**, 2681 (2004).
5. S. Cheng, J.A. Spencer, and W.W. Milligan, *Acta Mater* **51**, 4505 (2003).
6. H. Conrad, *Mater. Sci. Eng. A* **341**, 216 (2003).
7. R.W. Hayes, D. Witkin, F. Zhou, and E.J. Lavernia, *Acta Mater.* **52**, 4259 (2004).
8. G.I. Taylor, *Proc. Roy. Soc. A* **145**, 362 (1934).
9. E.O. Hall, *Proc. Phys. Soc. B* **64**, 747 (1951).
10. A. Seeger, *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*, Wiley, New York (1957).
11. U.F. Kocks and H. Mecking, *Progr. Mater. Sci.* **48**, 171 (2003).
12. V. Spuskanyuk, A. Spuskanyuk, and V. Varyukhin, *J. Mater. Process. Technol.* **203**, 305 (2008).
13. В.А. Белошенко, В.Н. Варюхин, В.З. Спусканюк, *Теория и практика гидроэкструзии*, Наукова Думка, Киев (2007).
14. B.L. Adams, S.I. Wright, and K. Kunze, *Met. Trans. A* **24**, 819 (1993).
15. R. Hielscher and H. Schaeben, *J. Appl. Cryst.* **41**, 1024 (2008).
16. D. Balzar, *Voigt-Function Model in Diffraction Line-Broadening Analysis in Defect and Microstructure Analysis from Diffraction*, R.L. Snyder, H.J. Bunge, and J. Fiala (eds.), *International Union of Crystallography Monographs on Crystallography*, No. 10, Oxford University Press, New York (1999), p. 94.
17. М.А. Кривоглаз, *Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами*, Наука, Москва (1967).
18. N. Armstrong and P. Lynch, *Determining the Dislocation Contrast Factor for x-ray Line Profile Analysis*, in: *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials*, E.J. Mittemeijer and P. Scardi (eds.) (2004), p. 249.
19. T. Ungar and A. Borbely, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3173 (1996).
20. V.V. Shpeizman, V.I. Nikolaev, B.I. Smirnov, V. V. Vetrov, S.A. Pul'nev, and V.I. Kopylov, *Phys. Solid State* **40**, 1151 (1998).
21. С.В. Добаткин, Г.А. Салищев, А.А. Кузнецов, А.В. Решетов, А.С. Сынков, Т.Н. Конькова, *ФТВД* **16**, 23 (2006).
22. Y. Estrin, N.V. Isaev, S.V. Lubenets, S.V. Malykhin, A.T. Pugachov, V.V. Pustovalov, E.N. Reshetnyak, V.S. Fomenko, L.S. Fomenko, S.E. Shumilin, M. Janecek, and R.J. Hellmig, *Acta Mater.* **54**, 5581 (2006).
23. L. Collini, *Engineering Fracture Mechanics* **77**, 1001 (2010).
24. S. Okubo, H. Abe, Y. Miyajima, T. Fujii, S. Onaka, and M. Kato, *Materials Transactions* **55**, 1525 (2014).
25. F. Dalla Torre, R. Lapovok, J. Sandlin, P.F. Thomson, C.H.J. Davies, and E.V. Pereloma, *Acta Materialia* **52**, 4819 (2004).
26. Z.S. Basinski, *Philos. Mag.* **4**, 393 (1959).
27. В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ФММ* **62**, 171 (1986).
28. V.I. Dotsenko and A.I. Landau, *Mater. Sci. Eng.* **22**, 101 (1976).
29. A. Seeger, *Philos. Mag.* **45**, 771 (1954).
30. B. Clausen, *Characterisation of Polycrystal Deformation by Numerical Modelling and Neutron Diffraction Measurements*, PhD Tesis, Ris0-R-985(EN), Ris0 National Laboratory, Roskilde, Denmark (1997).
31. W.C. Overton, Jr., and J. Gaffney, *Phys. Rev.* **98**, 969 (1955).
32. В.И. Трефилов, В.Ф. Моисеев, Э.П. Печковский, *ДАН СССР* **303**, 869 (1998).
33. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.F. Ashby, *Progr. Mater. Sci.* **19**, 288 (1975).
34. V.N. Kovaleva, V.A. Moskalenko, and V.D. Natsik, *Philos. Mag. A* **70**, 423 (1994).
35. J. Friedel, *Dislocations*, London, Pergamon (1964) [Ж. Фридель, *Дислокации*, Мир, Москва (1967)].
36. В.В. Демирский, С.Н. Комник, И.В. Библик, *ФММ* **3**, 602 (1980).
37. J. Bonneville, B. Escaig, and J.L. Martin, *Acta metall.* **36**, 1989 (1988).
38. В.И. Доценко, А.И. Ландау, В.В. Пустовалов. *Современные проблемы низкотемпературной пластичности материалов*, Наукова Думка, Киев (1987).
39. A.V. Granato, *Phys. Rev. B* **4**, 2196 (1971).
40. R.B. Schwarz, R.D. Isaak, and A.V. Granato, *Phys. Rev. Lett.* **38**, 554 (1977).
41. В.И. Альшиц, В.Л. Инденбом, *УФН*, **115**, 3 (1975).

42. A.I. Landau, *Phys. Status Solidi A* **61**, 555 (1980); *ibid.* 65, 119 (1981).
43. T. Kunimine, N. Takata, N. Tsuji, T. Fujii, M. Kato, and S. Onaka, *Materials Transactions* **50**, 64 (2009).
44. M. Kato, *Mater. Sci. Eng. A* **516**, 276 (2009).
45. R.O. Scattergood and C.C. Koch, *Scripta Metall.* **27**, 1195 (1992).
46. H. Conrad, K. Jung, *Materials Science and Engineering A* **406**, 78 (2005).

### The plastic deformation mechanisms of ultra fine-grained copper at temperatures 4.2–300 K

N.V. Isaev, T.V. Grigorova, O.V. Mendiuk,  
O.A. Davydenko, S.S. Polishchuk, and V.G. Geidarov

The main microstructure features of UFG Cu–OF polycrystals processed by direct and equal-channel angular hydroextrusion were studied by EBSD and XRD methods. The effect of microstructure on the temperature dependencies of yield stress and strain rate stress sensitivity of polycrystals was investigated at tension and stress relaxation tests in the insufficiently explored

temperature range of 4.2–300 K. From the thermally activated analysis the forest intersection mechanism was determined as rate controlling of plastic deformation in the range 77–200 K and its empirical parameters were obtained. The experimental anomalies below 77 K as deviations from thermally activated intersection process were explained by inertial dislocation properties revealed at high effective stress and low dynamic friction of dislocations. The inverse temperature dependencies of activation volume revealed above 200 K were attributed to the thermally activated grain boundary dislocation depinning relevant for UFG structure.

PACS: 61.72.Hh Indirect evidence of dislocations and other defects (resistivity, slip, creep, strains, internal friction, EPR, NMR, etc.);  
62.20.F– Deformation and plasticity;  
**62.20.–x** Mechanical properties of solids;  
81.40.Lm Deformation, plasticity, and creep.

Keywords: Ultrafine grained materials, copper, dislocations, thermally activated deformation Yield strength, Activation volume, low temperature, anomalies.