

PACS: 62.20.F, 62.20.-x

Т.В. Григорова¹, Н.В. Исаев¹, А.Л. Березина², А.А. Давиденко³,
Л.Ф. Сенникова³, К.И. Слива³, В.З. Спусканюк³

ВЛИЯНИЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНУЮ ПЛАСТИЧНОСТЬ И ПРОЧНОСТЬ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ МЕДИ

¹Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина

²Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины
бульв. Акад. Вернадского, 36, г. Киев, 03680, Украина

³Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 9 июля 2013 года

Изучено влияние интенсивной пластической деформации (ИПД) на микроструктуру, пластичность и прочность субмикроструктурной (СМК) меди при растяжении в интервале температур 4.2–295 К. Для ИПД использованы схемы прямой (I) и угловой гидроэкструзии (II) с финальным волочением. Показано, что схема ИПД, а также чистота исходного материала существенно влияют на величину и температурную зависимость прочности и пластичности при растяжении. С понижением температуры испытаний предел текучести СМК-меди увеличивается вследствие термически активированного взаимодействия дислокаций с локальными препятствиями. При этом схема ИПД влияет на уровень внутренних (атермических) напряжений. С понижением температуры испытаний до 4.2 К пластичность СМК-меди увеличивается вследствие замедления процессов динамического отдыха. В этом случае пластичность образца II может быть ограничена из-за наличия крупных пор, развившихся при волочении.

Ключевые слова: субмикроструктурная медь, интенсивная пластическая деформация, прямая гидроэкструзия, угловая гидроэкструзия, низкотемпературные механические испытания

Вивчено вплив інтенсивної пластичної деформації (ИПД) на мікроструктуру, пластичність і міцність субмікроструктурної (СМК) міді при розтягненні в інтервалі температур 4.2–295 К. Для ИПД використано схеми прямої (I) та кутової гідроекструзії (II) з фінальним волочінням. Показано, що схема ИПД, а також чистота вихідного матеріалу істотно впливають на величину й температурну залежність міцності й пластичності при розтягненні. Зі зниженням температури випробування границя текучості СМК-міді збільшується внаслідок термічно активованої взаємодії дислокацій з локальними перешкодами. При цьому схема ИПД впливає на рівень внутрішніх (атермічних) напружень. Зі зниженням температури

випробування до 4.2 К пластичність СМК-міді збільшується внаслідок уповільнення процесів динамічного відпочинку. У цьому випадку пластичність зразка II може бути обмеженою через наявність великих пор, що розвинулися при волочінні.

Ключові слова: субмікроструктурна мідь, інтенсивна пластична деформація, пряма гідроекструзія, кутова гідроекструзія, низькотемпературні механічні випробування

Введение

Объемные наноструктурные металлические материалы представляют большой интерес для специалистов в связи с их необычными механическими свойствами и широкими возможностями применения в различных конструкциях [1]. Одним из эффективных методов формирования наноструктурного состояния материала является ИПД при комбинации прямой гидрокструзии (ГЭ) [2] и угловой гидрокструзии (УГЭ) [2,3] с последующим волочением (В). Метод позволяет проводить обработку заготовок длиной $l \gg D$ путем выдавливания материала из контейнера через угловую матрицу диаметром D с помощью жидкости высокого давления. Согласно результатам, полученным в [4], комбинированная деформационная обработка меди, включающая УГЭ, ГЭ и волочение, обеспечивает высокие механические характеристики проволоки. Так, на диаметре 0.5 mm предел прочности при комнатной температуре достигает величины 686 МПа, относительное удлинение – 2%, при этом электрическая проводимость составляет 86.4% IACS (International Annealed Copper Standard).

Как известно, изменение механических свойств металла при изменении его микроструктуры обусловлено дислокационной природой пластической деформации [5]. При этом в качестве основных параметров, определяющих длину свободного пробега дислокации, рассматриваются, как правило, средняя плотность дислокаций и средний размер зерна. Поскольку в процессе ИПД эти параметры существенно изменяются, полученные микро- и наноструктурные материалы, помимо прикладного значения, представляют большой интерес в качестве объекта исследования механизмов пластической деформации. Одной из важнейших задач таких исследований является изучение температурных зависимостей механических характеристик материалов в максимально широком интервале температур. Так, например, в работах [6,7] в результате сравнения свойств нано- и обычных поликристаллов меди был сделан ряд предположений о влиянии дефектов, примесей и границ зерен на низкотемпературную пластическую деформацию ГЦК-металлов, полученных путем равноканального углового прессования (РКУП).

Целью данной работы является изучение низкотемпературных механических свойств СМК-меди, полученной монотонной (ГЭ + В) и немонотонной (ГЭ + УГЭ + ГЭ + УГЭ + ГЭ + В) деформационной обработкой.

Методика эксперимента

В качестве исходного материала использовали промышленные горячепрессованные прутки из меди огневого рафинирования Cu-FRTP 99.95%

(Fire Refined Tough Pitch copper). Результаты примесного анализа (без учета кислорода) исходных поликристаллов с размером зерна $d_{av} \approx 20 \mu\text{m}$, выполненного атомно-эмиссионным методом на оптическо-эмиссионном спектрометре ARL4460 Metals Analyzer, приведены в табл. 1. Содержание кислорода согласно ГОСТ 859-2001 составляло не более 0.07%.

Таблица 1

Примесный состав меди Cu-FRTP

Pb	Fe	Sn	Si	Sb	As	Mn	Al	Co	Zn
0.0060	0.0019	0.0062	0.0002	0.0012	0.0004	< 0.0002	< 0.0001	< 0.0001	0.0039
Bi	P	S	Ag	Cr	Ni	Se	Te	Cd	Cu
0.0002	0.0116	0.0039	0.0051	0.0006	0.0101	< 0.0001	< 0.0001	< 0.0001	99.948

ИПД исходных материалов проводили при комнатной температуре по двум схемам: I – ГЭ с последующим волочением и II – комбинация ГЭ и УГЭ с последующим волочением. Схема II показана на рис. 1. В результате обработок по схемам I и II получали проволоку диаметром 0.5 mm.

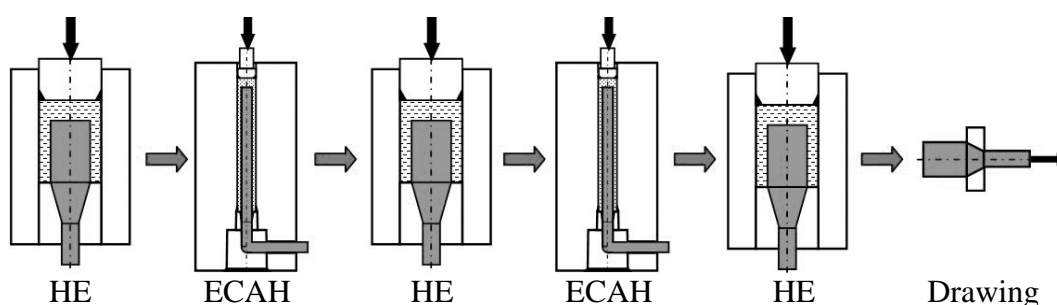


Рис. 1. Общая схема ИПД

Данные об эквивалентной накопленной деформации Σe обрабатываемого материала в зависимости от использованной схемы ИПД представлены в табл. 2.

Таблица 2

Суммарная логарифмическая эквивалентная деформация

Схема ИПД	ГЭ (НЕ)	УГЭ (ЕСАН)	ГЭ (НЕ)	УГЭ (ЕСАН)	ГЭ (НЕ)	B (D)	Σe
I	2.3	–	0.8	–	1.9	4.6	9.6
II	2.3	1.2	0.8	4.6	1.9	4.6	15.4

Микроструктуру меди (зеренная) изучали с помощью электронного микроскопа на просвет (JEM-200FXII). Для изучения дефектной структуры (микропор и микротрещин) проводили сканирование поверхности продольного шлифа медной проволоки диаметром 0.5 mm с помощью растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6490 в ВЕС-режиме при увеличении $\times 1500$.

Исследование механических свойств меди осуществляли в режиме растяжения проволочных образцов с постоянной скоростью штока деформационной установки с криостатом для жидкого He⁴, позволяющей деформировать материалы

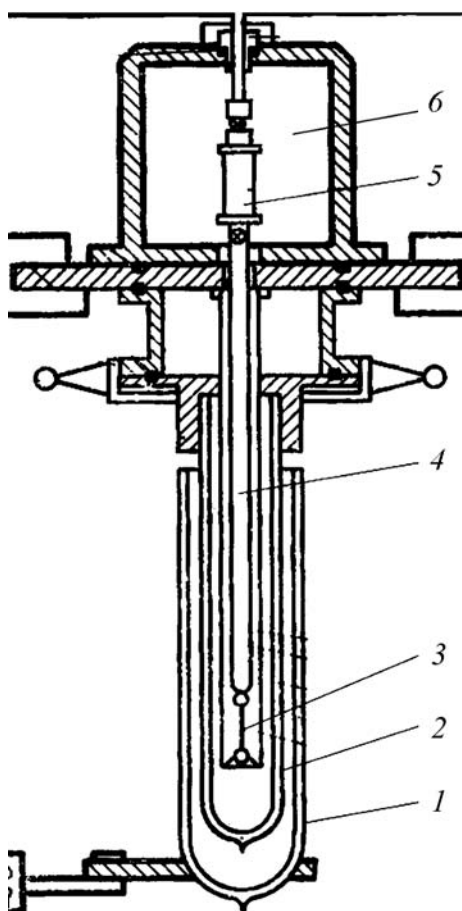


Рис. 2. Схема низкотемпературного узла деформационной установки: 1, 2 – соответственно азотный и гелиевый дьюары, 3 – образец, 4 – шток, 5 – динамометр, 6 – вакуумная камера

Во всех случаях погрешность измерения нагрузки составляла ± 0.2 N, жесткость машины ~ 1.5 kN/mm. Маркировка образцов I и II соответствует схеме ИПД.

Результаты эксперимента

Микроструктура

Как известно, применение стандартных методов изучения структуры металлических образцов в виде тонкой проволоки малого диаметра (после финального волочения) связано с трудностями изготовления фольг. Поэтому в данной работе ограничились микроскопическими исследованиями структуры образцов из проволок диаметром 2 mm, полученных на стадии многопереходного волочения. Типичная микроструктура таких образцов представлена на рис. 3.

Видно, что на этапе волочения образцов I и II в них формируется полосчатая структура, характер которой зависит от схемы ИПД. При волочении после ГЭ (образец I, рис. 3,а) формируются преимущественно полосы

с усилием до 2.5 kN при постоянной температуре в интервале 4.2–295 K. Низкотемпературный узел деформационной установки состоит из гелиевого дьюара 2, который помещен в дьюар с жидким азотом 1 (рис. 2). Верхний захват образца 3 соединяется подвижным штоком 4 с трубчатым динамометром 5 из четырех тензодатчиков, образующих мост из двух активных и двух пассивных сопротивлений, расположенных в вакуумной камере 6.

Образцы для растяжения в виде проволоки с размерами рабочей части 20×0.45 mm после шлифовки деформировали до разрушения при температурах 295, 77 и 4.2 K с постоянной скоростью штока 0.1 mm/min. Регистрировали зависимости нагрузка–время, по которым рассчитывали кривые напряжение σ –деформация ϵ и оценивали влияние схемы ИПД и температуры на основные параметры пластичности и прочности Cu-FRTP.

Исследовали также механические свойства образцов бескислородной меди Cu-OF 99.99% (Oxygen-Free copper) аналогичной геометрии, полученных путем ИПД по схемам I ($\Sigma e = 9.2$) и II ($\Sigma e = 17.3$) и затем деформированных растяжением при тех же условиях эксперимента. Во

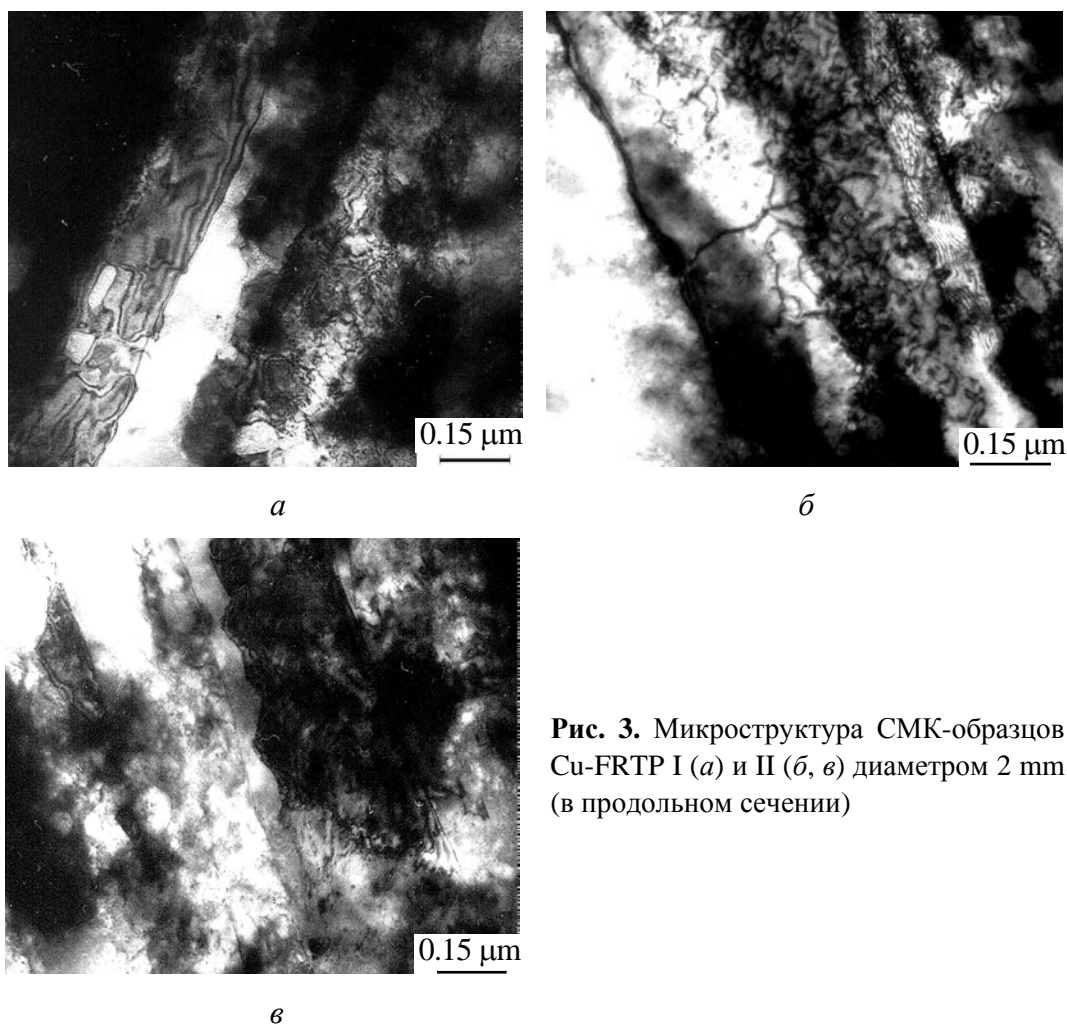


Рис. 3. Микроструктура СМК-образцов Cu-FRTP I (а) и II (б, в) диаметром 2 мм (в продольном сечении)

шириной 150–200 нм, образованные зернами, вытянутыми вдоль направления экструзии. Внутри полос наблюдаются экстинкционные контуры, появление которых может свидетельствовать об упругом изгибе в матрице.

В результате комбинированной деформации по схеме II (рис. 3,б,в) в микроструктуре формируются полосы двух типов: шириной 500–600 нм и менее 100 нм. Внутри некоторых тонких полос наблюдается фринч-контраст (рис. 3,б), который может свидетельствовать о больших внутренних напряжениях. В ряде случаев фринч-контраст и дислокации в тонкой полосе не наблюдаются, а границы такой полосы имеют зубчатый характер (рис. 3,в). Зубчатая граница полосы указывает на присутствие в матрице мощных стопоров, препятствующих миграции границ зерен.

При холодной пластической обработке материалов методами ГЭ и УГЭ без противодействия с высокими степенями накопленной деформации релаксация напряжений может происходить путем образования пор и трещин, что может служить одной из причин наблюдаемого искривления границы полосы. Степень поврежденности материала зависит от значительного числа факторов: химического состава, структуры, термической обработки, метода и маршрута деформирования.

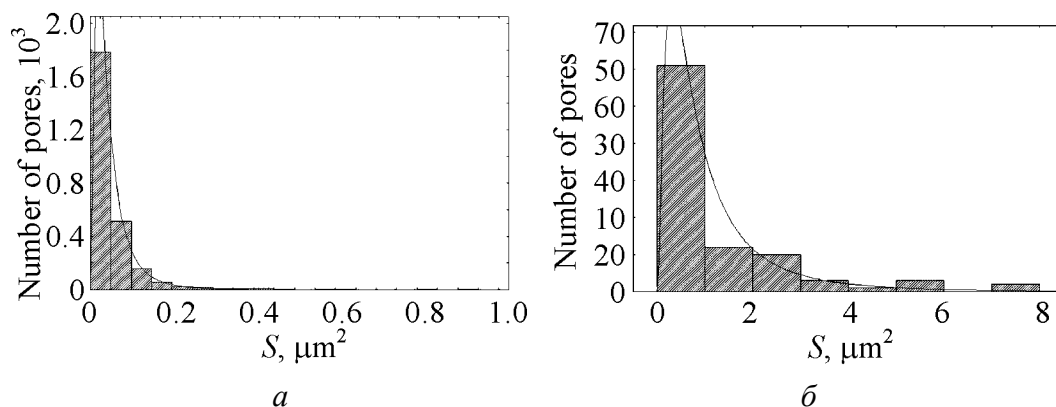


Рис. 4. Гистограммы распределения количества микропор по их размеру (площади S) на продольном шлифе проволоки Cu-FRTP диаметром 0.5 mm: *a* – образец I, $\Sigma \epsilon = 9.6$; *б* – образец II, $\Sigma \epsilon = 15.4$

Гистограммы на рис. 4 иллюстрируют распределение количества микропор по размерам (площади), которые выявлялись путем сканирования поверхности продольного шлифа проволоки Cu-FRTP площадью 0.5×0.67 mm. (Поскольку сканировали поверхность шлифа, полностью охватывающую диаметр проволоки, возможно указание количества пор в абсолютных, а не в относительных величинах.) Видно, что в шлифе из проволоки конечного диаметра 0.5 mm наблюдается несколько тысяч мелких пор в случае обработки меди по схеме I (рис. 4,*a*), в то время как в образце II присутствует всего около одной сотни сравнительно крупных пор (рис. 4,*б*).

Влияние количества и наиболее вероятного размера пор на низкотемпературную пластичность материалов, подвергнутых ИПД по схемам I и II, обсуждается ниже.

Механические свойства

На рис. 5 представлены кривые растяжения СМК-образцов меди Cu-FRTP и Cu-OF, деформированных при температурах 295, 77 и 4.2 К. Как видно, прочность и пластичность образцов существенно зависят от схемы ИПД, температуры и чистоты исходного материала. При 295 К образцы II обладают более высокой прочностью и пластичностью, чем образцы I, независимо от чистоты материала. При температуре 77 К прочность всех образцов увеличивается, а влияние схемы ИПД становится слабее. При 4.2 К наблюдается дальнейшее приращение прочности, которое сопровождается значительным ростом пластичности изученных образцов, за исключением образцов Cu-FRTP II, пластичность которых сравнима с данными при 295 и 77 К. Кроме того, при 4.2 К пластическая деформация образцов Cu-FRTP I и II становится неустойчивой (скачкообразной), а частота и амплитуда скачков напряжения (нагрузки) зависят от схемы ИПД (см. вставку). При фиксированной температуре прочность образцов Cu-OF несколько ниже, чем образцов Cu-FRTP, а их пластичность существенно выше. Кривые растяжения образцов Cu-OF при 4.2 К сохраняют

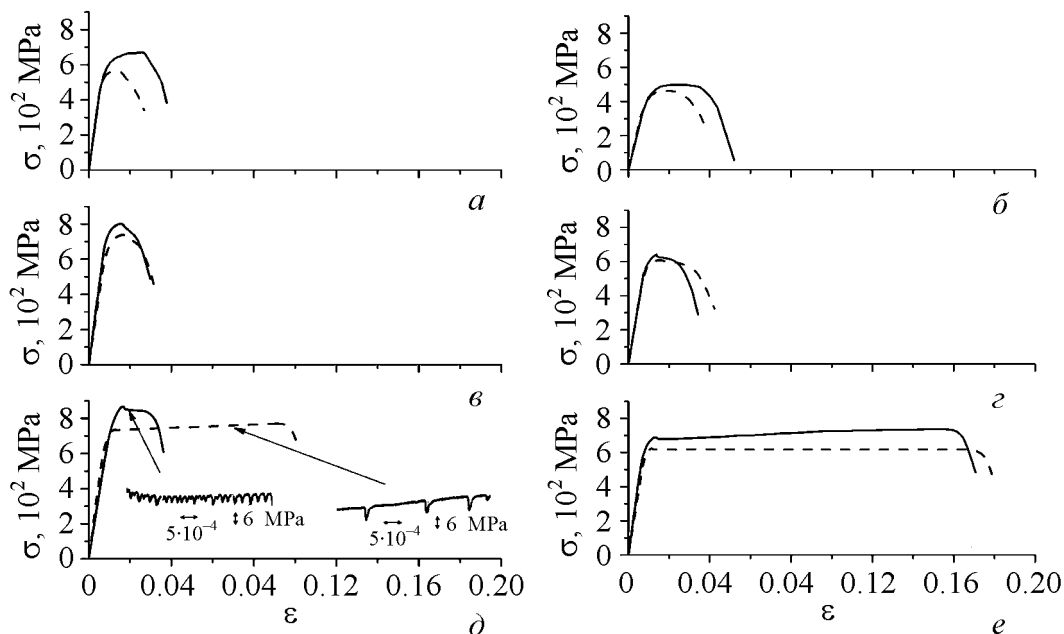


Рис. 5. Кривые растяжения образцов СМК-меди Cu-FRTP (*a, в, д*) и Cu-OF (*б, з, e*) после ИПД по схемам I (штриховые линии) и II (сплошные линии) при различных температурах T , К: *a, б* – 295; *в, з* – 77; *д, e* – 4.2. На вставках рис. *д* – скачки напряжения, наблюдаемые при деформациях, указанных стрелками

макроскопически плавный вид. Температурные зависимости основных параметров прочности и пластичности изученных материалов представлены на рис. 6.

Видно, что при охлаждении до 77 К предел текучести всех образцов увеличивается, т.е. его температурная чувствительность $\Delta\sigma_{0.2}/\Delta T < 0$. Отношение $\sigma_{0.2}^{77\text{ К}}/\sigma_{0.2}^{295\text{ К}}$ в этом интервале температур составляет ~ 1.33 – 1.36 для образцов Cu-FRTP и ~ 1.37 – 1.40 для образцов Cu-OF. Предел прочности σ_u всех образцов с понижением температуры в интервале до 77 К увеличивается примерно на 30%, а величина однородной деформации (до образования шейки) ϵ_u практически не изменяется.

Дальнейшее понижение температуры до 4.2 К незначительно влияет на изменение величин $\sigma_{0.2}$ и σ_u . Величина однородной пластической деформации ϵ_u при 4.2 К по сравнению с испытаниями при 77 К для образцов Cu-FRTP I увеличивается в ~ 5.5 раз, для Cu-FRTP II – всего в 1.5 раза, а для Cu-OF – более чем на порядок независимо от схемы ИПД.

Макроскопические скачки напряжения при 4.2 К (низкотемпературная скачкообразная деформация – НТСД) наблюдаются только в случае Cu-FRTP, при этом их характер зависит от схемы ИПД (см. вставки на рис. 5, д). Во-первых, в образцах I (пунктирная кривая) НТСД развивается только после некоторой критической деформации порядка 0.07, а в образцах II (сплошная кривая) – сразу после предела текучести. Во-вторых, для образцов I в отличие от образцов II скачки напряжения на кривой чередуются с участками плавного течения.

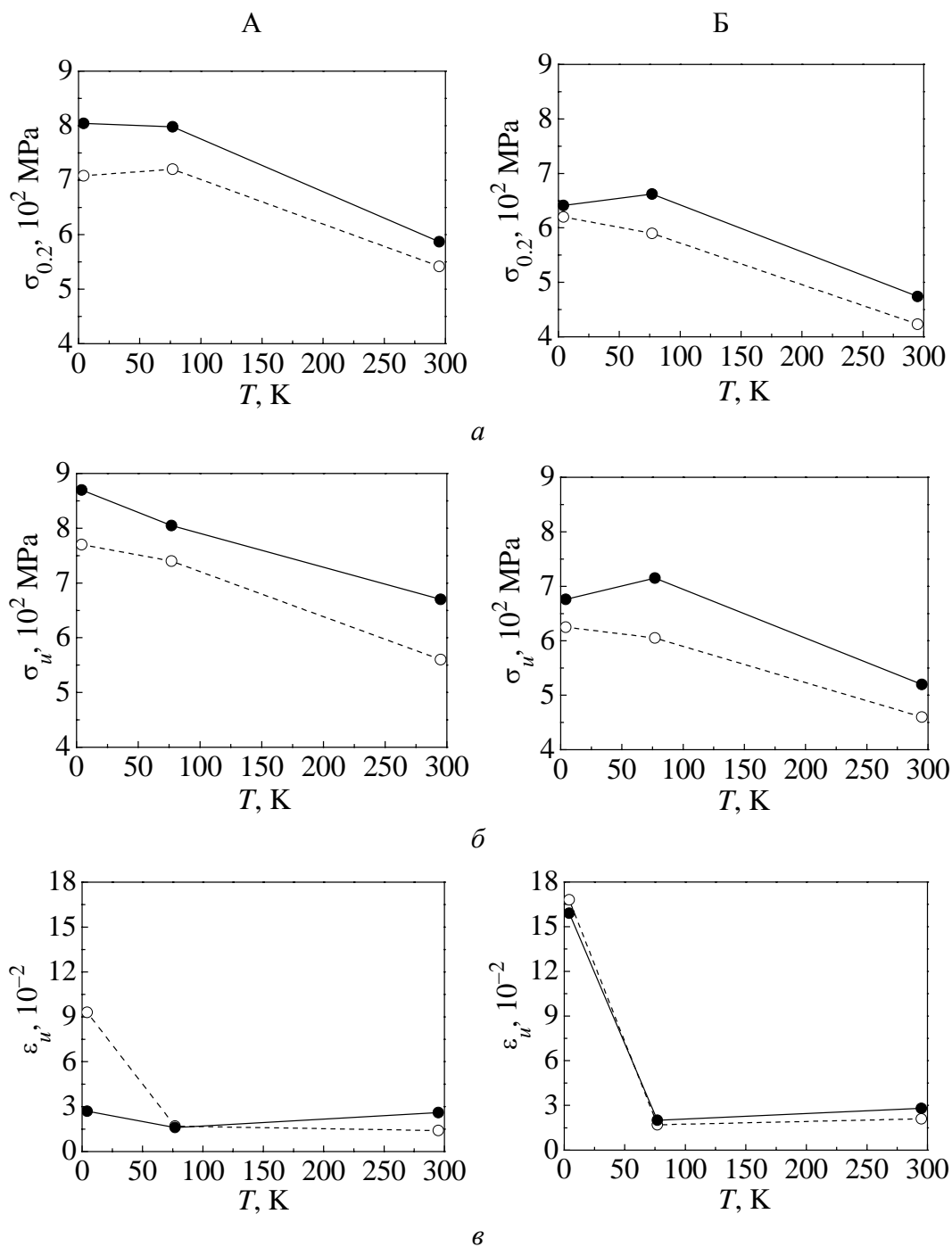


Рис. 6. Температурные зависимости условного предела текучести $\sigma_{0.2}$ (а), предела прочности σ_u (б) и однородной деформации (до образования шейки) ϵ_u (в) образцов Cu-FRTP (А) и Cu-OF (Б): --- — образец I, — — образец II

Обсуждение результатов

Увеличение прочности СМК-поликристаллов обусловлено изменениями в их микроструктуре, которые определяются схемой ИПД. Основными параметрами микроструктуры, определяющими механические свойства ГЦК-

металлов, считаются средний размер зерна, средняя плотность и распределение дислокаций, природа границ зерен. Таким образом, изменение микроструктуры в результате ИПД при комнатной температуре оказывает существенное влияние на характерную длину свободного пробега дислокаций, скорость их накопления и аннигиляции в ходе последующей деформации. Баланс этих процессов существенно зависит от температуры.

Согласно известным данным средний размер кристаллитов d зависит от эквивалентной накопленной деформации Σe , которая определяется схемой ГЭ. В случае Cu-FRTP [4] $d_I > d_{II}$, поэтому при фиксированной температуре согласно соотношению Холла–Петча наблюдается неравенство $\sigma_{0,2}^I < \sigma_{0,2}^{II}$ (см. рис. 6,А). Аналогичное неравенство характерно и для Cu-OF (см. рис. 6,Б). Нельзя исключать, что изменение $\sigma_{0,2}$ обусловлено изменением не только среднего размера зерна (кристаллита), но и упругих модулей, текстуры, а также разной степенью анизотропии образцов I и II, на что косвенно указывает полосчатый характер микроструктуры при волочении (см. рис. 3).

Увеличение предела текучести СМК-меди, наблюдаемое при понижении температуры, $\Delta\sigma_{0,2}/\Delta T < 0$ (рис. 6), характерно для термически активированного открепления дислокаций от локальных (точечных) препятствий. В этом случае $\sigma_{0,2}(T) = \sigma_i + \sigma^*(T)$, где σ_i – внутреннее (дальнодействующее) напряжение, которое слабо зависит от температуры (в меру модуля сдвига), σ^* – эффективное (короткодействующее) напряжение, температурная зависимость которого определяется природой и концентрацией локальных препятствий. Согласно сделанным выше оценкам при понижении температуры деформации от 295 до 77 К приращение предела текучести СМК-образцов Cu-FRTP и Cu-OF (при разных схемах ИПД) составляет ~ 25–30% (рис. 6), что заметно больше, чем изменение упругих модулей в этом интервале температур. Близкое значение $\Delta\sigma_{0,2}$ ранее наблюдалось для СМК-меди, полученной путем РКУП [7]. В качестве локальных препятствий, определяющих в нашем случае величину $\Delta\sigma_{0,2}/\Delta T$, можно рассматривать атомы примесей, вакансии и их кластеры, дислокации «леса». Однако для количественной оценки параметров локальных барьеров, а также объяснения аномально-низкой температурной чувствительности напряжения $\sigma_{0,2}$, наблюдаемой в интервале 4.2–77 К (см. рис. 6), требуются дополнительные данные о плотности и распределении локальных дефектов. Полученные результаты указывают на то, что вследствие ИПД напряжение $\sigma_{0,2}$ увеличивается главным образом за счет внутренних (атермических напряжений). При этом при фиксированной температуре испытаний величина $\sigma_{0,2}$ для Cu-FRTP заметно выше, чем для Cu-OF. Учитывая, что примесный состав двух материалов отличается в основном содержанием кислорода, можно предположить, что атомы кислорода (или окислы) образуют атермические препятствия для дислокаций, которые вносят дополнительный вклад в уровень внутренних напряжений.

Как известно, процессы размножения, перераспределения и аннигиляции дислокаций в процессе ГЭ при комнатной температуре приводят к тому, что СМК-образец, значительно более прочный, чем его крупнозернистый аналог, при дальнейшей деформации теряет способность к деформационному упрочнению. При растяжении это вызывает образование шейки и разрушение образца при малых деформациях. С понижением температуры однородная деформация обычных ГЦК-поликристаллов, как правило, возрастает, поскольку повышается скорость их деформационного упрочнения ввиду уменьшения вероятности поперечного скольжения и аннигиляции дислокаций [5]. В нашем случае понижение температуры до 77 К не приводит к реализации данной модели деформационного упрочнения, поскольку величина ϵ_u практически не изменяется (рис. 6). Можно предположить, что в СМК-меди независимо от схемы ИПД основные дислокационные процессы происходят в границах зерен, где роль температуры уменьшается из-за высокой плотности дислокаций. Поэтому рост ϵ_u наблюдается только при глубоком охлаждении до 4.2 К. В пользу такого предположения свидетельствуют данные об ослаблении субструктуры в зернах образца после комбинированной ГЭ [4] (ослабление субструктуры, т.е. исчезновение субграниц и стенок дислокаций, может указывать на увеличение плотности геометрически необходимых дислокаций в границах зерен). Однако и в этом случае пластичность образцов Cu-FRTP II возрастает слабее, чем образцов I. Более низкая пластичность образцов II при 4.2 К (см. рис. 5) может быть обусловлена наличием в них более крупных пор, которые не наблюдаются в образцах I (см. рис. 4). Крупные поры могут служить зародышем микротрещин и началом разрушения при меньших деформациях.

Другой причиной низкой пластичности образцов Cu-FRTP II при 4.2 К на фоне их высокой прочности может служить увеличение доли мелких зерен (≤ 100 nm) по сравнению с образцами Cu-FRTP I и Cu-OF, что показано нами ранее в [4]. В этом случае скорость пластической деформации определяется процессами эмиссии и поглощения дислокаций в границах зерен. При этом коэффициент деформационного упрочнения уменьшается за счет аннигиляции дислокаций в границах, поэтому при растяжении образцы теряют устойчивость при меньших деформациях. Возможно, высокой плотностью дислокаций в границах таких зерен обусловлена и другая особенность – неустойчивость пластической деформации при 4.2 К (НТСД), которая в образцах Cu-FRTP II наблюдается сразу после предела текучести (см. рис. 5).

В настоящее время считается, что явление НТСД, характерное даже для монокристаллов, связано с лавинообразным скольжением дислокаций и их самоорганизацией, а также с двойникованием [8]. В случае СМК-материалов с ГЦК-решеткой частота и амплитуда НТСД, как правило, увеличиваются по мере роста напряжения течения и уменьшения скорости их деформационного упрочнения. В нашем случае наиболее развитая НТСД наблюдается в образцах Cu-FRTP II, которые при 4.2 К отличаются максимальной прочно-

стью, низкой скоростью деформационного упрочнения и низкой пластичностью по сравнению с другими исследованными материалами. Однако для понимания того, какие элементы микроструктуры наиболее существенно влияют на лавинообразное движение дислокаций и соответственно на развитие НТСД в меди, требуются дополнительные исследования.

Выводы

1. В режиме растяжения в интервале температур 4.2–295 К изучены механические свойства СМК-меди в проволочных образцах, полученных с использованием методов ГЭ и УГЭ и финального волочения. Показано, что максимальная прочность меди на растяжение в изученном интервале температур достигается при комбинированном использовании методов ГЭ и УГЭ с заключительным волочением. С понижением температуры испытаний образцов до 4.2 К предел текучести СМК-меди Cu-FRTP повысился до 800 МПа, предел прочности – до 870 МПа. Без применения УГЭ предел текучести такой меди повысился до 700 МПа, предел прочности – до 770 МПа.

2. Установлено, что в интервале температур 295–77 К СМК-медь независимо от схемы деформационной обработки обладает невысоким уровнем пластических свойств (однородная деформация до разрушения образца ϵ_u составляет величину порядка 0.02).

Дальнейшее понижение температуры испытаний до 4.2 К приводит к увеличению ϵ_u , при этом существенное влияние на рост пластических свойств оказывают состав меди и схема ее деформационной обработки. Для Cu-FRTP огневого рафинирования наблюдается повышение ϵ_u до 0.03 в случае использования УГЭ и до 0.09 – при отсутствии УГЭ. Такое различие, по-видимому, связано с наличием более крупных пор в случае применения УГЭ. В случае Cu-OF достигается максимальный уровень пластических свойств (ϵ_u порядка 0.17), на который схема обработки практически не влияет.

3. Обнаружено, что пластическая деформация образцов Cu-FRTP при 4.2 К принимает скачкообразный характер. Амплитуда скачков напряжения увеличивается с деформацией, достигая 1.5% от величины деформирующего напряжения. В случае Cu-OF явление низкотемпературной скачкообразной деформации не наблюдается.

1. Р.З. Валиев, И.В. Александров, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. В.А. Белошенко, В.Н. Варюхин, В.З. Спусканыук, Теория и практика гидроэкструзии, Наукова думка, Киев (2007).
3. V. Spuskanyuk, A. Spuskanyuk, and V. Varyukhin, J. Mater. Proc. Technol. **203**, 305 (2008).
4. V. Spuskanyuk, O. Davydenko, A. Berezina, O. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, D. Spiridonov, J. Mater. Proc. Technol. **210**, 1709 (2010).

5. *U.F. Kocks, H. Mecking*, Prog. Mater. Sci. **48**, 171 (2003).
6. *В.В. Шнейзман, В.И. Николаев, Н.Н. Песчанская, А.Е. Романов, Б.И. Смирнов, И.А. Александров, Н.А. Еникеев, В.У. Казыханов, А.А. Назаров*, ФТТ **49**, 644 (2007).
7. *Y. Estrin, N.V. Isaev, S.V. Lubenets, S.V. Malykhin, A.T. Pugachev, V.V. Pustovalov, N. Reshetnyak, V.S. Fomenko, L.S. Fomenko, S.E. Shumilin, M. Janecek, and R.J. Hellmig*, Acta Mater. **54**, 5581 (2006).
8. *В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко*, Пластическая деформация кристаллов при низких температурах, Наукова думка, Киев (2012).

T.V. Grigorova, M.V. Isaev, A.L. Berezina, O.A. Davydenko, L.F. Sennikova, K.I. Slyva, V.Z. Spuskanyuk

EFFECT OF COMBINED HYDROEXTRUSION ON LOW-TEMPERATURE PLASTICITY AND STRENGTH OF ULTRAFINE GRAINED COPPER

High interest in the bulk ultrafine grained (UFG) metals is caused by unconventional mechanical properties and wide application of these materials. The effective method of obtaining of the UFG state is severe plastic deformation (SPD) combined with direct hydroextrusion (HE) and equal-channel angular hydroextrusion (ECAH) with subsequent drawing. Recently, it was demonstrated that such processing of copper provides very high mechanical properties at room temperature and higher.

The aim of this study is investigation of the mechanical properties of UFG Cu-FRTP (Fire Refined Tough Pitch, 99.95%) and Cu-OF (Oxygen Free, 99.98%) at low temperatures. The rod samples of 0.5 mm in diameter prepared by HE (sample I) and by combination of HE and ECAH (sample II) with subsequent drawing are studied. The samples were deformed by tension at the temperatures of 4.2, 77 and 295 K with using deformation machine with cryostats for liquid nitrogen and helium.

It was demonstrated that SPD schemes and purity of the initial material affected substantially the magnitude and the temperature dependence of strength and plasticity at tension. At room temperature, the ultimate tensile strength (UTS) for Cu-FRTP was found larger for sample II (670 MPa) than for sample I (560 MPa). The same difference was observed for Cu-OF, where UTS = 460 MPa (sample I) and 500 MPa (sample II). When the test temperature was reduced down to 4.2 K, the values of UTS essentially increased to the maximum of 870 MPa in the case of Cu-FRTP processed by HE&ECAH. However the low temperature plasticity of these samples is smaller as compared to Cu-OF once deformed at 4.2 K. Another feature is unstable flow of Cu-FRTP in contrast to Cu-OF sample observed at 4.2 K.

The received data are discussed in terms of the structure influence on the plastic deformation processes at low temperatures. When the temperature decreased, yield stress of UFG copper increased due to thermally activated interaction of dislocations and local defects. At the same time, SPD scheme affected only the level of internal strains. When the temperature dropped down to 4.2 K, plasticity of SMC copper increased as a consequence of deceleration of dynamical rest. In this case, plasticity of sample II can be limited because of the presence of big pores developed during drawing.

Keywords: ultrafine grained copper, severe plastic deformation, direct hydroextrusion, equal-channel angular hydroextrusion, low-temperature mechanical test

Fig. 1. General SPD scheme

Fig. 2. Scheme of low-temperature device of the deformation plant: 1, 2 – nitrogen and helium Dewars, respectively, 3 – the sample, 4 – stock, 5 – dynamometer, 6 – vacuum chamber

Fig. 3. Microstructure of UFG samples of Cu-FRTP of 2 mm in diameter (in longitudinal section), I (a) and II (b, в)

Fig. 4. Histograms of size distribution of micropores (by S surface) on the longitudinal polished section of the Cu-FRTP wire of 0.5 mm in diameter: a – sample I, $\Sigma e = 9.6$; б – sample II, $\Sigma e = 15.4$

Fig. 5. Tension curves of the samples of UFG copper Cu-FRTP (a, в, д) and Cu-OF (б, з, e) after SPD by scheme I (dashed lines) and II (solid lines) at different temperatures T , K: a, б – 295; в, з – 77; д, e – 4.2. On the inserts (д), jumps of the stress are presented that are observed at the strains marked by arrows

Fig. 6. Temperature dependences of conventional yield strength $\sigma_{0.2}$ (a), tensile strength σ_u (б) and uniform elongation (before neck formation) ε_u (в) of the Cu-FRTP samples (A) and Cu-OF (Б): --- – sample I, — – sample II