

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACSnumbers: 61.72.Dd, 61.72.Mm, 62.20.de, 62.23.Pq, 81.07.Bc, 81.20.Hy, 83.50.Uv

Гібридний модель аномальної температурної залежності модуля зсуву міді, викликаної інтенсивною пластичною деформацією

Н. В. Токий, А. М. Пилипенко, В. В. Токий

*Донецький фізико-технічний інститут ім. О. О. Галкіна НАН України,
вул. Р. Люксембург, 72,
83114 Донецьк, Україна*

Досліджено зразки, виготовлені з гарячепресованих прутків міді чистотою М06, оброблених за оригінальною технологією з використанням гідроекструзії і волочіння. На дротовому зразку виміряно модуль зсуву в режимі вільно згасних крутих коливань у діапазонах частот $f = 48\text{--}60$ Гц і температур $293\text{--}736$ К за допомогою автоматизованої системи релаксаційної спектроскопії, яка працює за принципом оборотного крутного хитуна. Представлено результати мірювання змін пружних властивостей для двох циклів нагрівання–охолодження зі швидкістю зміни температури при нагріванні у 2 К/хв. Досліджено зміну параметрів, що контролюють внески в пружні модулі, на основі рентгеноструктурної аналізи. Рентгенова інтерференційна картина являє собою накладання незалежних K_{α_1} - і K_{α_2} -кривих; тому при аналізі результатів знімання в характеристичному випромінненні внесено методом Речінгера поправку на дублетність спектральної лінії, необхідну для правильного вибору апроксимувальної функції. Для встановлення фізичної природи розширення ліній в цій роботі використовували метод, що уможливорює з аналізу профілю псевдо-Фойгта однієї лінії визначити середній розмір областей когерентного розсіяння і середньоквадратичну деформацію ґратниці. Наведено кількісні дані рентгеноструктурної аналізи в напрямках 100 та 111 до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо середнього розміру областей когерентного розсіяння, а, отже, розміру зерен (кристалітів), середньої деформації та середньої густини дислокацій. Виконано зіставлення експериментальних результатів і оцінки внесків у зміну пружних властивостей трьох традиційних фізичних механізмів (пружні модулі межі, внутрішні напруження і ґратницеві дислокації). У межах цих механізмів виконано кількісні оцінки відносної зміни модуля зсуву до та після першого циклу нагрівання–охолодження, що ґрунтуються на рентгеноструктурній аналізі у напрямках 100 та 111. Обговорюється можливість застосування нового двокомпонентного моделю однофазного гібридного матеріалу для пояснення анома-

льної температурної залежності пружних модулів міді з субмікроструктурною орієнтованих у напрямках 100 та 111. Зокрема, представлено зміни з часом цих об'ємних часток.

Исследованы образцы, приготовленные из горячепрессованных прутков меди чистотой М0б, обработанных по оригинальной технологии с использованием гидроэкструзии и волочения. С помощью автоматизированной системы релаксационной спектроскопии, которая работает по принципу обратного крутильного маятника на проволочном образце, измерен модуль сдвига в режиме свободно затухающих крутильных колебаний в диапазонах частот $f = 48-60$ Гц и температур $293-736$ К. Представлены результаты измерения изменений упругих свойств для двух циклов нагрев-охлаждение со скоростью изменения температуры при нагреве 2 К/мин. Исследовано изменение параметров, контролирующих вклады в упругие модули, на основе рентгеноструктурного анализа. Рентгеновская интерференционная картина представляет собой наложение независимых K_{α_1} - и K_{α_2} -кривых; поэтому при анализе результатов съёмки в характеристическом излучении внесена методом Речингера поправка на дублетность спектральной линии, необходимая для правильного выбора аппроксимирующей функции. Для установления физической природы уширения линий в этой работе использовали метод, позволяющий по анализу профиля псевдо-Фойгта одной линии определить средний размер областей когерентного рассеяния и среднеквадратичную деформацию решётки. Приведены количественные данные рентгеноструктурного анализа в направлениях 100 и 111 до и после первого цикла нагрева-охлаждения по среднему размеру областей когерентного рассеяния, а, следовательно, размеру зёрен (кристаллитов), средней деформации и средней плотности дислокаций. Выполнено сравнение экспериментальных результатов и оценок вкладов в изменение упругих свойств трёх традиционных физических механизмов (упругие модули границы, внутренние напряжения и решёточные дислокации). В рамках этих механизмов проведены количественные оценки относительного изменения модуля сдвига до и после первого цикла нагрева-охлаждения, основанные на рентгеноструктурном анализе в направлениях 100 и 111. Обсуждается возможность применения новой двухкомпонентной модели однофазного гибридного материала для объяснения аномальной температурной зависимости упругих модулей меди с субмикрокристаллической структурой. Приведены данные для объёмных долей компонентов, ориентированных в направлениях 100 и 111. В частности, представлены изменения со временем этих объёмных долей.

Samples fabricated from hot-pressed rods of M0b purity copper processed by the original technology using hydrostatic extrusion and drawing are investigated. The shear modulus are measured in freely damped mode of torsion oscillations, using an automated system of relaxation spectroscopy, which uses the principle of reversible torsion pendulum on a wire sample in the frequency range $f = 48-60$ Hz and the temperature range $293-736$ K. The results of measured changes in the elastic properties for two cycles of heating-cooling at the temperature-change rate of 2 K/min during heating are presented. The variations of parameters controlling the contributions to the elastic moduli,

based on X-ray diffraction analysis, are investigated. X-ray interference pattern is a superposition of independent K_{α_1} - and K_{α_2} -curves. Therefore, at the analysis of the results obtained with the characteristic radiation, a correction for doubling of spectral line is necessary for correct selection of the approximating function and is introduced by the Reehinger method. To reveal the physical nature of the line broadening, a method that allows determining the average size of the coherent scattering regions and mean-square lattice strain by the analysis of the pseudo-Voigt profile for one line is used. Quantitative data of X-ray analysis for the 100 and 111 directions before and after the first heating-cooling cycle are presented for an average size of coherent scattering and, therefore, a size of grains (crystallites), an average strain, and a dislocation density. The experimental results and estimates of contributions to the change in the elastic properties of the three traditional physical mechanisms (elastic moduli of boundaries, the internal stresses, and lattice dislocations) are compared. Under these mechanisms, quantitative estimates of the relative change in the shear modulus before and after the first heating-cooling cycle are made on the basis of X-ray diffraction analysis for 100 and 111 directions. The possibility of using a new two-component model of the single-phase hybrid material for explanation of the anomalous temperature dependence of the elastic moduli of copper with a submicrocrystalline structure is discussed. Data of the volume fractions of the components, which are oriented along 100 and 111 directions, are presented. In particular, they summarize the changes of these volume fractions with time.

Ключові слова: модуль зсуву, кінетика часток компонентів, субмікрокристалічна мідь, гібридний модель, рентгеноструктурна аналіза.

(Отримано 11 листопада 2013 р.; остаточний варіант — 9 липня 2014 р.)

1. ВСТУП

Наноматеріали, незалежно від методів виготовлення, є сильно нерівноважними системами — вільна енергія нанoeлементів структури (частинок або зерен) значно перевершує енергію звичайних матеріалів у зв'язку з різким ростом поверхневої енергії (ефектом Гіббса-Томсона). Ця додаткова вільна енергія забезпечує високі руйнівні сили для незворотних та зворотних атомних перебудов, сукупність яких має назву структурної релаксації.

При прикладанні зовнішнього статичного або циклічного навантаження, а також при підвищенні температури структурна релаксація призводить до додаткових непружних деформацій, які дають значний внесок до зміни пружних властивостей.

Широке використання методу вимірювання пружних властивостей обумовлено його високою структурною чутливістю та можливістю виконувати дослідження без руйнування матеріалу.

При дослідженні міді з ультрадрібнозернистою (нано- та субмікроскопічною (СМК)) структурою, що обумовлює її незвичайні ме-

ханічні та фізичні властивості, виявлено області аномальної поведінки температурної залежності пружних властивостей — збільшення модулів із зростанням температури [1]. У тій же роботі [1] розглянуто три можливі механізми в розділах «пружні модулі межі», «внутрішні напруження» та «ґратницеві дислокації», що як контрольовані параметри використовують розмір зерна, внутрішню деформацію та густину ґратницевих дислокацій відповідно. Як зазначається в [2], конкретний механізм цього явища досі не цілком ясний, хоча його дослідженню присвячено досить значне число робіт, посилення на які можна знайти в [3]. Нами у [4] запропоновано двокомпонентний модель однофазного гібридного матеріалу, де як контрольовані параметри використовуються об'ємні частки компонентів певної кристалграфічної орієнтації, що дозволяє описати спостережуване аномальне збільшення пружних модулів при нагріванні після інтенсивної пластичної деформації (ПД).

Метою цієї роботи є вивчення впливу нагрівання після комбінованої пластичної деформації з використанням прямої гідроекструзії (ГЕ) та волочіння (В) на структуру та пружні властивості ГЦК-матеріалів, а також аналіза зміни до і після нагрівання контрольованих параметрів чотирьох згаданих раніше фізичних механізмів [1, 4], що можуть дати внески в пружні модулі, та встановлення адекватності цих механізмів.

2. ТЕМПЕРАТУРНА ЗАЛЕЖНІСТЬ МОДУЛЯ ЗСУВУ СМК МІДІ

Як об'єкт для досліджень було обрано мідь, яка є ідеальним модельним матеріалом для вивчення особливостей холодної деформації, тому що вона легко деформується, має доволі високу анізотропію, легко легується та доступна з високим ступенем чистоти. Властивостям міді присвячено багато експериментальних та теоретичних робіт, які полегшують трактування результатів вимірювань.

Гарячепресований пруток міді чистотою М06 діаметром 60 мм був оброблений за оригінальною технологією [5] з використанням гідроекструзії (ступінь логаритмічної деформації $e = 5,0$) і волочіння ($e = 1,8$) до діаметра 2 мм. З нього для досліджень було підготовлено зразки діаметром 2 мм та довжиною 115 мм (довжина робочої частини — 90 мм).

Міряння модуля зсуву G здійснювали за допомогою автоматизованої системи релаксаційної спектроскопії (АСРС), яка працює за принципом оборотного крутного хитуна [6] на дротовому зразку діаметром $d = 2$ мм і відстанню між затискувачами $l = 90$ мм в режимі вільно згасних крутних коливань у діапазонах частот $f = 48$ – 60 Гц і температур $T = 293$ – 736 К за швидкості зміни температури при нагріванні у 2 К/хв.

Залежність кута закручування від часу для вільних згасних ко-

ливань описували виразом:

$$\varphi = \varphi_0 \exp(-\beta t) \cos(\omega t - \psi), \quad (1)$$

де t — час, φ_0 — початкова амплітуда, ω — циклічна частота, β — коефіцієнт згасання та ψ — початкова фаза коливань.

Модуль зсуву визначали за формулою:

$$G = \frac{32 I (\omega^2 + \beta^2)}{\pi d^4}, \quad (2)$$

де $I = 6,865 \cdot 10^{-15}$ ГПа·м³ — стала, яка залежить від конструкції хитуна.

Результати міряння модуля зсуву зразка $G(T)$ при нагріванні до 736 і 733 К відповідно для двох циклів нагрівання–охолодження представлено на рис. 1.

Розглянемо, з чим може бути пов'язана настільки сильна зміна пружних модулів СМК зразків міді внаслідок відпалу. У першу чергу, розглянемо три можливих механізми [1], внесок яких у зміну пружних модулів повинен бути оцінений.

Це, по-перше, прямий внесок у зменшення модулів зерномежової області, оскільки пружні модулі на межах можуть бути іншими, ніж в об'ємі матеріялу. По-друге, вплив високих внутрішніх напружень, які в зв'язку з нелінійністю пружних властивостей можуть призводити до зміни пружних констант. По-третє, можливий

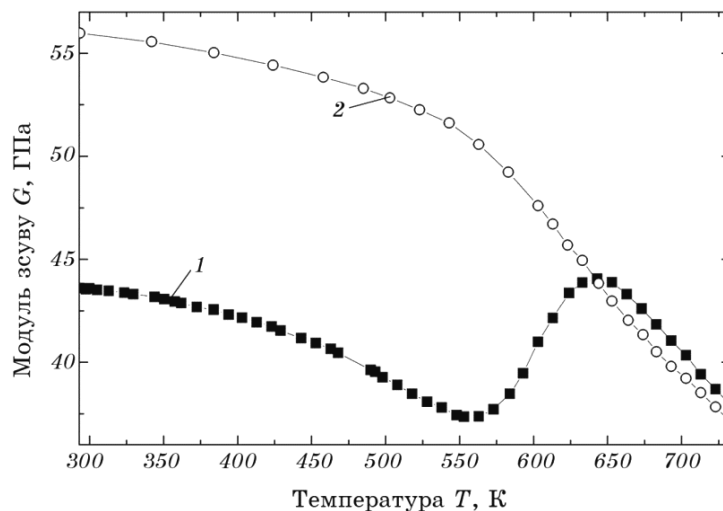


Рис. 1. Температурні залежності модуля зсуву $G(T)$ міді чистотою 99,97% після ПД при першому (1) та наступному (2) нагріваннях в рамках циклів нагрівання–охолодження.

механізм — це вплив ґратницевих дислокацій.

3. ДОСЛІДЖЕННЯ НА ОСНОВІ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОЇ АНАЛІЗИ ЗМІНИ ПАРАМЕТРІВ, ЩО КОНТРОЛЮЮТЬ ВНЕСКИ В ПРУЖНІ МОДУЛІ

Для дослідження адекватності наноконкомпозитного моделю, що враховує пружні модулі межі, потрібно виконати зіставлення її оцінок, одержаних з використанням даних даної роботи, та результатів рентгеноструктурної аналізи (РСА) для СМК міді [4].

Інтерференційні лінії розширюються, як правило, за рахунок одночасного впливу двох факторів: подрібнення блоків і наявності напружень II роду.

Виконати аналізу кутової залежності ширини лінії для розділення різних ефектів розширення ліній не є можливим через відсутність у дифракційному спектрі досить сильних віддзеркалень різного порядку. Тому для встановлення фізичної природи розширення ліній в цій роботі використовували метод, що дозволяє з аналізу профілю однієї лінії визначити середній розмір областей когерентного розсіяння (ОКР) і середньоквадратичну деформацію ґратниці [7].

При аналізі результатів знімання в характеристичному випромінненні внесено поправку на дублетність спектральної лінії, тому що експериментально одержана інтерференційна картина являє собою накладання незалежних K_{α_1} - і K_{α_2} -кривих. Введення такої поправки є необхідним для правильного вибору апроксимувальної функції при визначенні величини мікродеформацій і розмірів областей когерентного розсіяння.

Для розділення дублета скористаємося методом Речінґера [8], в основу якого покладено припущення про те, що форми ліній K_{α_1} і K_{α_2} однакові, а інтегральна інтенсивність K_{α_1} -лінії в 2 рази більша за інтенсивність K_{α_2} -лінії.

Функція псевдо-Фойгта $pV_1(x)$ компоненти K_{α_1} складається з суми Лоренціана та Гавсіана [9]:

$$pV_1(x) = \frac{I_C}{1 + \pi^2 x^2 / \beta_C^2} + I_G \exp -\pi^2 x^2 / \beta_G^2, \quad (3)$$

де β_C та β_G — інтегральні ширини складових за Лоренцом–Коші та Гавсом відповідно, I_C та I_G — відповідні максимальні інтенсивності.

На рисунку 2 представлено експериментальний і розраховані дифракційні профілі та апроксимувальні профілі псевдо-Фойгта компонентів K_{α_1} і K_{α_2} , складові за Лоренцом–Коші та Гавсом компоненти K_{α_1} рефлексу 111 вихідного деформованого зразку до нагрівання. Аналогічні розкладання було виконано для рефлексу 200

до нагрівання, та рефлексів 111 та 200 після нагрівання.

Розмір зерна D розраховувався за формулою [9]:

$$D = \frac{\lambda}{\beta_c \cos \theta}, \quad (4)$$

де λ — довжина хвилі Рентгенового випромінення, θ — дифракційний кут.

Аналіза розкладання профілів Коші показує, що їх ширина зменшується, тому розміри кристалітів у кристалографічному напрямку 111 збільшуються. Але вона незначним чином збільшується в кристалографічному напрямку 100. Отже, розміри кристалітів у цьому напрямку дещо зменшуються після першого циклу нагрівання–охолодження.

Кількісні дані РСА щодо середнього розміру ОКР, а, отже, розміру зерен (кристалітів) D наведено в таблиці.

Середньоквадратична деформація ґратниці $\langle \varepsilon \rangle$ розраховувалася за формулою [9]:

$$\langle \varepsilon \rangle = \frac{\beta_c}{4 \operatorname{tg} \theta}. \quad (5)$$

Аналіза розкладання Гавсових профілів показує, що їх ширина майже не змінюється, а, отже, внутрішні напруження кристалітів у

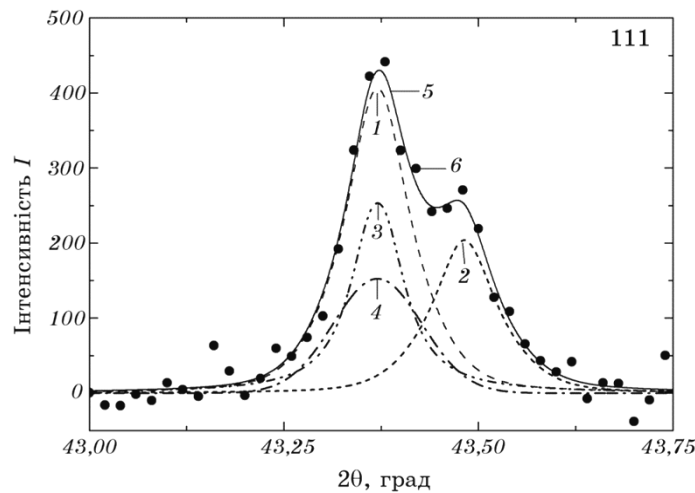


Рис. 2. Експериментальний (6) та розрахований (5) дифракційні профілі лінії 111, апроксимувальні профілі псевдо-Фойгта компонентів $K\alpha_1$ (1) і $K\alpha_2$ (2) та профілі за Коші (3) і Гавсом (4) складових компонента $K\alpha_1$ рефлексу I_{111} для міді чистотою 99,97% після ПД після першого циклу нагрівання–охолодження.

ТАБЛИЦЯ. Зіставлення результатів експерименту та розрахунків у межах розглянутих моделей, яке спирається на рентгеноструктурні дані.

Рефлекс	Термо-обробка	$D, \text{Å}$	$\varepsilon \cdot 10^3$	$\frac{\rho}{10^{14} \text{м}^2}$	f	$\frac{\Delta G^D}{G_1^D}, \%$	$\frac{\Delta G^\varepsilon}{G_1^\varepsilon}, \%$	$\frac{\Delta G^p}{G_1^p}, \%$	$\frac{\Delta G^f}{G_1^f}, \%$	$\frac{\Delta G}{G_1^{\text{exp}}}, \%$
111	До нагрівання	730,16	1,484	6,139	0,505	-3,1	0,0389	-3,3	28,5	28,6
	Після нагрівання	1364	1,444	3,198	0,24					
100	До нагрівання	784,01	2,452	9,445	0,495	1,28	0,669	-5,8		
	Після нагрівання	648,89	1,772	8,248	0,76					

кристаліграфічному напрямку 100 майже не зменшуються, але зменшуються в кристаліграфічному напрямку 111, тобто внутрішні напруження кристалітів в цьому напрямку зменшуються після першого циклу нагрівання–охолодження.

Кількісні дані РСА в напрямках 100 та 111 до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо середньої деформації $\langle \varepsilon \rangle$ також наведено в таблиці.

Густину дислокацій ρ оцінюємо способом [10, 11]:

$$\rho = \frac{3\pi\beta_G\beta_C(\cos\theta)^2}{4\sin\theta|\mathbf{b}|\lambda} \sqrt{\frac{E}{\mu \ln(r/r_0)}}, \quad (6)$$

де \mathbf{b} — Бюргерсів вектор, E — модуль Юнга, μ — модуль зсуву, r_0 та r — внутрішній та зовнішній радіуси обмеження пружного поля дислокації.

Кількісні дані РСА в напрямках 100 та 111 до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо середньої густини дислокацій ρ наведено в таблиці.

4. ДОСЛІДЖЕННЯ АДЕКВАТНОСТИ ТРАДИЦІЙНИХ ФІЗИЧНИХ МОДЕЛІВ

Пружні модулі межі. В цій моделю припускається, що пружні модулі меж (міжзеренні області) відрізняються від пружних модулів ідеального кристала. Тоді ефективні модулі полікристалічного матеріалу будуть комбінацією пружних модулів матриці і меж, і, якщо обсяг, займаний межами, істотний, то це може призвести до помітної зміни в ефективних модулях.

Грубу оцінку зверху для пружних модулів меж зерен можна одержати, використовуючи наближення Ройса [12], тобто вважаючи, що ефективні пружні модулі M такого композита можна записати у вигляді:

$$M^{-1} = M_c^{-1} \left(1 - 3 \frac{\delta D}{D} \right) + M_b^{-1} 3 \frac{\delta D}{D}, \quad (7)$$

де M_c — пружний модуль кристалічної матриці, M_b — пружний модуль межі, D — розмір зерна, δD — ширина межі.

Як і в [1], покладемо, що для міді величина δD становить 4 нм. Враховуючи, що навіть в аморфних металах модулі знижуються лише на 20–30% в порівнянні з кристалічним станом, для одержання оцінки зверху для пружних модулів M_b приймали величину, що складає 70% від M_c .

Використовуючи формулу (7), можливо оцінити відносну зміну модуля зсуву при переході із стану 1 до нагрівання в стан 2 після першого нагрівання–охолодження за рахунок зміни контрольованого параметра D нанокompозитного моделю, що враховує пружні модулі меж:

$$\frac{\Delta G^D}{G_1^D} = \frac{G_2^D - G_1^D}{G_1^D} = \frac{9\delta D(D_2 - D_1)}{(7D_2 + 9\delta D)D_1}, \quad (8)$$

де G_1^D , G_2^D та D_1 , D_2 — модуль зсуву та розмір зерна в стані 1 до нагрівання та в стані 2 після першого нагрівання–охолодження відповідно.

Кількісні дані виконаних оцінок у межах композитного моделю за РСА в напрямках 100 та 111 до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо відносної зміни модуля зсуву $\Delta G^D/G_1^D$ наведено в таблиці.

Наведені в таблиці відсоткові внески оцінених в межах композитного моделю змін модуля зсуву, при порівнянні з експериментальними даними, демонструють неспроможність цього моделю в межах одного порядку величини задовольнити спостережуване.

Внутрішні напруги. Внесок внутрішніх напружень у зміну модулів може бути записаний у вигляді:

$$M' \approx M + A\langle \varepsilon \rangle, \quad (9)$$

де M — пружні модулі другого порядку, A — пружний модуль третього порядку. За порядком величини $A/M \sim 10$.

Використовуючи формулу (9), можливо оцінити відносну зміну модуля зсуву при переході із стану 1 до нагрівання в стан 2 після першого нагрівання–охолодження за рахунок зміни контрольованого параметра $\langle \varepsilon \rangle$ моделю внутрішніх напруг:

$$\Delta G^e / G_1^e = (G_2^e - G_1^e) / G_1^e = A [\langle \varepsilon_2 \rangle - \langle \varepsilon_1 \rangle] / G_1^e, \quad (10)$$

де G_1^e , G_2^e та $\langle \varepsilon_1 \rangle$, $\langle \varepsilon_2 \rangle$ — модуль зсуву та середньоквадратична деформація ґратниці в стані 1 до нагрівання та в стані 2 після першого нагрівання–охолодження відповідно.

Кількісні дані виконаних оцінок в межах моделю внутрішніх напруг за РСА в напрямках 100 та 111 до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо відносної зміни модуля зсуву $\Delta G^e / G_1^e$ наведено в таблиці.

Наведені в таблиці відсоткові внески оцінок зміни модуля зсуву в межах моделю внутрішніх напруг при порівнянні з експериментальними даними демонструють відмінність передбачень цього моделю від спостережуваного більш, ніж на порядок величини.

Ґратницеві дислокації. Згідно зі струнним модельом дислокацій Гранато–Люкке [13], їх внесок у зміну модуля при кімнатній температурі добре описується виразом:

$$\Delta G_p / G = \frac{Gb^2}{\pi^4 C} \rho L^2 \frac{1}{1 + (\omega\tau)^2}, \quad (11)$$

де $\tau = BL^2 / \pi^2 C$, L — середня довжина вільного дислокаційного сегмента, C — лінійний натяг дислокацій, B — коефіцієнт в'язкого гальмування.

При виконанні оцінок характеристики дислокацій беремо з [1, 14], за величину L приймаємо максимально можливе її значення — розмір зерна D .

Використовуючи формулу (11), можна оцінити відносну зміну модуля зсуву при переході зі стану 1 (до нагрівання) в стан 2 (після першого нагрівання–охолодження) за рахунок зміни контрольованих параметрів ρ та D моделю ґратницевих дислокацій:

$$\frac{\Delta G^p}{G_1^p} = \frac{G_2^p - G_1^p}{G_1^p} = \frac{Gb^2}{\pi^4 C} \frac{\rho_2 D_2^2 - \rho_1 D_1^2}{[1 + (\omega\tau)^2]}, \quad (12)$$

де G_1^p , G_2^p , ρ_1 , ρ_2 та D_1 , D_2 — модулі зсуву, густини дислокацій та розміри зерен в стані 1 (до нагрівання) та в стані 2 (після першого нагрівання–охолодження) відповідно.

Кількісні дані виконаних оцінок у межах моделю ґратницевих дислокацій за РСА в напрямках 100 та 111 до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо відносної зміни модуля зсуву $\Delta G^p / G_1^p$ наведено в таблиці.

Порівнюючи теоретичні оцінки з експериментальними даними, можна зробити висновок, що, швидше за все, не ґратницеві дислокації визначають спостережувану зміну модулів у міді.

Перейдемо до розгляду адекватности запропонованого нами в [4]

фізичного механізму температурної залежності пружних властивостей за рахунок зміни об'ємних часток різноорієнтованих компонентів однофазних ГЦК-матеріалів.

5. ДВОКОМПОНЕНТНИЙ ГІБРИДНИЙ МОДЕЛЬ ОДНОФАЗНИХ ГЦК-МАТЕРІАЛІВ

Для дослідження адекватності гібридного моделю потрібно одержати параметри, що контролюють зміну пружних властивостей.

У межах запропонованого нами в [4] моделю розрізняємо компоненти, що відрізняються кристалографічною орієнтацією вздовж осі циліндричного зразка. Перший компонент виходить на поперечний переріз зразка площиною 111, а другий компонент площиною 100.

Об'ємна частка орієнтованого вздовж напрямку 100 компонента гібрида в наближенні Ройса [4] дорівнює:

$$f_R^{100}(T) = \frac{G_{100} G_{111}(T) - G(T)}{G(T) G_{111}(T) - G_{100}(T)}, \quad (13)$$

де $G_{100}(T)$ і $G_{111}(T)$ — температурні залежності пружних модулів монокристала в напрямку 100 і в напрямку 111 відповідно з [15], де $G(T)$ — експериментальна температурна залежність модуля зсуву.

Об'ємна частка орієнтованого вздовж напрямку 111 компонента гібрида в наближенні Ройса [4] дорівнює:

$$f_R^{111}(T) = \frac{G_{111}(T) G(T) - G_{100}(T)}{G(T) G_{111}(T) - G_{100}(T)}. \quad (14)$$

Об'ємні частки компонентів, орієнтованих у напрямку 100 до та після першого циклу нагрівання–охолодження, одержуємо за формулою (13) при температурі 300 К:

$$f_1^{100} = \frac{G_{100} G_{111} - G_1}{G_1 G_{111} - G_{100}}, \quad (15)$$

де G_1 — експериментально виміряний модуль зсуву при температурі 300 К під час першого нагрівання,

$$f_2^{100} = \frac{G_{100} G_{111} - G_2}{G_2 G_{111} - G_{100}}, \quad (16)$$

де G_2 — експериментально виміряний модуль зсуву при температурі 300 К під час другого нагрівання.

Аналогічно одержано вирази для об'ємних часток компонентів,

орієнтованих в напрямку 111 за формулою (14). Одержані з цих виразів кількісні дані в напрямках 100 та 111 наведено в таблиці.

Якщо врахувати, що пружні модулі компонентів відрізняються, то модулі гібрида будуть комбінацією пружних модулів компонентів, і якщо об'ємні частки змінюються істотно, то це може призвести до помітної зміни модулів гібрида. Оцінку для пружних модулів гібрида можна одержати, використовуючи наближення Ройса [4] та постулюючи, що при навантаженні ці два компонента мають однакові напруження. При цьому деформація розраховується усередненням за об'ємом локальних деформацій, тоді модулі зсуву G такого гібрида можна записати у вигляді:

$$G^f(T) = \frac{G_{100}(T)G_{111}(T)}{G_{111}(T)f_R^{100}(T) + G_{100}(T)f_R^{111}(T)}. \quad (17)$$

Внесок у поведінку пружних модулів запропонованих у роботі [4] фізичних механізмів зміни орієнтації кристалітів можна оцінити із залежності (17).

Використовуючи формулу (17), можна оцінити відносну зміну модуля зсуву при переході зі стану 1 до нагрівання в стан 2 після першого нагрівання–охолодження за рахунок зміни контрольованих параметрів f_{100} та f_{111} гібридного моделю.

Як впливає з (17), оцінка величини внеску в наближенні Ройса має вигляд:

$$\frac{\Delta G^f}{G_1^f} = \frac{G_2^f}{G_{100}G_{111}} \frac{G_{100} - G_{111}}{G_{100} - G_{111}} f_2^{100} - f_1^{100}, \quad (18)$$

де G_1^f , G_2^f та f_1^{100} , f_2^{100} — модулі зсуву та об'ємні частки високомодульного компонента 100 в стані 1 до нагрівання та в стані 2 після першого нагрівання–охолодження відповідно.

Кількісні дані виконаних оцінок в межах гібридного моделю до та після першого циклу нагрівання–охолодження щодо відносної зміни модуля зсуву $\Delta G^f / G_1^f$ наведено в таблиці.

Адекватність гібридного моделю не викликає сумніву: про це свідчить порівняння з експериментальними даними.

Розглянемо кінетику зміни об'ємних часток компонентів з різними орієнтаціями.

Розраховані за формулами (13) и (14) зміни з часом об'ємних часток компонентів представлено на рис. 3. У цих розрахунках використано наші експериментальні дані для модуля зсуву міді $G(T)$. Температурні залежності модуля зсуву монокристала міді в напрямку 100 $G_{100}(T)$ та в напрямку 111 $G_{111}(T)$ взято нами з [15].

Фізичним механізмом забезпечення зміни орієнтації може бути виникнення двійників відпау [4]. Для розкриття фізичного механізму зміни об'ємної частки компонентів з різними орієнтаціями та

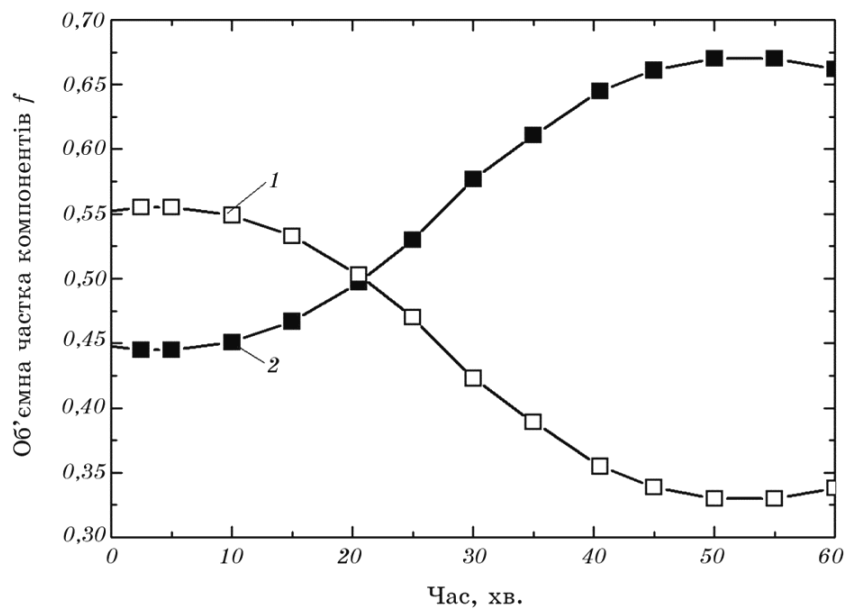


Рис. 3. Кінетика зміни об'ємних часток низькомодульного 111 (1) та високомодульного 100 (2) компонентів міді чистотою 99,97% після ПД.

встановлення енергії активації треба виконати експерименти з різними швидкостями нагрівання (швидкістю відмінною від 2 К/хв.). Але це виходить за межі даної роботи.

6. ВИСНОВКИ

Від нижньої границі дослідженого температурного діапазону до 553 К виявлена низькотемпературна гілка кривої залежності $G(T)$, яка характеризується зменшенням значень модуля зсуву з ростом температури.

Встановлено, що аномальне збільшення модуля зсуву починається близько 553 К і триває приблизно до 643 К. Ця високотемпературна гілка (де значення зростають) та низькотемпературна гілка (де значення спадають) кривої залежності $G(T)$ не виявляються при наступних нагріваннях (циклах нагрівання–охолодження), що свідчить про незворотність протікаючих при цьому процесів.

За необоротною ділянкою від 643 К до верхньої границі дослідженого температурного діапазону слідує оборотна високотемпературна гілка кривої залежності $G(T)$, яка характеризується зменшенням значень модуля зсуву з ростом температури.

У дослідженому діапазоні температур при наступних нагріваннях оборотні низькотемпературна й високотемпературна гілки

кривої залежності $G(T)$, що спостерігаються, змінюють одна одну близько 500 К.

Аналіза розкладання профілів Коші показує, що їх ширина зменшується, а, отже, розміри кристалітів у кристалографічному напрямку 111 збільшуються. Профілі Коші незначною мірою розширюються в кристалографічному напрямку 100, а, отже, розміри кристалітів в цьому напрямку дещо зменшуються після першого циклу нагрівання–охолодження.

Аналіза розкладання Гавсових профілів показує, що їхня ширина майже не змінюється в кристалографічному напрямку 100, а, отже, внутрішні напруження кристалітів у цьому напрямку майже не зменшуються. Ширина Гавсових профілів зменшується в кристалографічному напрямку 111, а, отже, внутрішні напруження кристалітів у цьому напрямку зменшуються після першого циклу нагрівання–охолодження.

Рентгеноструктурна аналіза показала, що густина дислокацій після першого циклу нагрівання–охолодження зменшується.

Оцінки внесків у зміни модуля зсуву в межах композитного моделю та моделю внутрішніх напруг при порівнянні з експериментальними даними демонструють неспроможність цих моделей задовольнити спостережуване (на порядок величини).

Порівнюючи теоретичні оцінки з експериментальними даними, можна зробити висновок, що, швидше за все, не ґратницеві дислокації визначають спостережувану зміну модулів в міді.

Зменшення об'ємної частки низькомодульного компонента 111 на стадії нагрівання першого циклу відбувається приблизно до 384 К, після чого, до 553 К, спостерігається її підвищення, з подальшим зменшенням на ділянці 553–643 К, яке змінюється наступним зростанням із зростанням температури.

При оборотних процесах (наступних за першим циклом нагрівання) зменшення об'ємної частки низькомодульного компонента 111 триває приблизно до 494 К, після чого спостерігається безперервне її підвищення з ростом температури.

Природно, що поведінка зі зміною температури високомодульного компонента 100 на тотожних температурних ділянках — протилежна.

Передбачені в гібридному моделю збільшення об'ємної частки високомодульного компонента на базі аналізу аномальної температурної залежності пружних модулів знайшли підтвердження в рентгеноструктурних даних.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. N. A. Akhmadeev, R. Z. Valiev, N. P. Kobelev, R. R. Mulyukov, and Ya. M. Soifer, *Fiz. Tverd. Tela*, **34**: 3155 (1992) (in Russian).

2. E. L. Kolyvanov, N. P. Kobelev, and Yu. Estrin, *Deformatsiya i Razrushenie Materialov*, **4**: 1 (2010) (in Russian).
3. N. Kobelev, E. Kolyvanov, and Y. Estrin, *Acta Mater.*, **56**: 1473 (2008).
4. N. V. Tokiy, V. V. Tokiy, A. N. Pilipenko, and N. E. Pismenova, *Fiz. Tverd. Tela*, **56**, No. 5 (2014) (in Russian).
5. V. Spuskanyuk, O. Davydenko, A. Berezina, O. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, and D. Spiridonov, *J. Mater. Process. Technol.*, **210**: 1709 (2010).
6. A. N. Pilipenko, *Fizika i Tekhnika Vysokikh Davleniy*, **23**, No. 4: 5 (2013) (in Russian).
7. F. Sanchez-Bajo and F. L. Cumbreira, *J. Appl. Crystallogr.*, **30**: 427 (1997).
8. W. A. Rachinger, *J. Sci. Instrum.*, **25**: 254 (1948).
9. Th. H. de Keijser, E. J. Mittemeijer, and H. C. F. Rozendaal, *J. Appl. Crystallogr.*, **16**: 309 (1983).
10. G. K. Williamson and R. E. Smallman, *Philos. Mag.*, **1**: 34 (1956).
11. P. Pourghahramani and E. Forssberg, *Int. J. Miner. Process.*, **79**: 120 (2006).
12. A. Reuss and Z. Angew, *Math. Mech.*, **9**: 49 (1929).
13. A. Granato and K. Lucke, *J. Appl. Phys.*, **27**: 583 (1965).
14. N. A. Akhmadeev, N. P. Kobelev, R. R. Mulyukov, Ya. M. Soifer, and R. Z. Valiev, *Acta Metall. Mater.*, **41**, No. 4: 1041 (1993).
15. Y. A. Chang and L. Himmel, *J. Appl. Phys.*, **37**: 3567 (1966).