

PACS: 62.20.Fe

А.Н. Великодний, П.А. Хаймович, М.А. Тихоновский,
Н.Ф. Андриевская, М.П. Старолат, Т.М. Тихоновская

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ КВАЗИГИДРОЭКСТРУЗИЯ СИЛЬНОДЕФОРМИРОВАННОГО ЦИРКОНИЯ

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»
ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина
E-mail: velikodnyi@kipt.kharkov.ua

Изучено изменение структуры относительного электросопротивления и микротвердости циркония в процессе интенсивной пластической деформации (ИПД) при комнатной температуре и при температуре 77 К. Обнаружены значительный рост микротвердости и уменьшение относительного электросопротивления при низкотемпературной квазигидроэкструзии (КГЭ). При этом с понижением температуры деформации не происходит дополнительное измельчение зеренной структуры.

Введение

Получение материалов в наноструктурном состоянии и изучение их свойств представляют значительный научный и практический интерес. Одним из широко используемых способов получения наноструктурных материалов является их деформационная обработка с применением различных методов ИПД [1,2]. Ранее авторы исследовали свойства чистого циркония в процессе ИПД при комнатной температуре. Было установлено, что свойства циркония с ростом деформации изменяются стадийным образом, что согласуется с результатами структурных исследований [3]. При этом также обнаружено, что на процесс измельчения структуры не оказало влияния сочетание двух методов деформации при комнатной температуре: осадки-выдавливания и волочения. Возможно, величина среднего размера зерна, близкая к 100 nm, является предельной для деформации волочением при комнатной температуре.

Как известно, температура, при которой производится деформационная обработка металлов и сплавов, в значительной степени определяет их структурное состояние и свойства. Чем выше температура деформирования, тем интенсивнее проходят релаксационные процессы, которые препятствуют получению наноструктурного состояния. Поэтому представляло интерес провести деформацию ранее деформированного циркония при температуре жидкого азота.

Материал и методика

В качестве материала для исследований был выбран чистый цирконий. Исходный слиток диаметром 50 mm был изготовлен электронно-лучевым переплавом прутков йодидного циркония. Для получения заготовки меньшего диаметра исходный слиток был нагрет до 600°C и выдавлен на диаметр 27 mm. Дальнейшую деформационную обработку проводили при комнатной температуре либо при 77 К. Для достижения деформаций, превышающих ранее полученные значения, заготовку Ø27 mm подвергали деформационной обработке методом осадка-выдавливании при комнатной температуре. Дополнительная истинная деформация составила $\varepsilon \sim 3.7$ ($\varepsilon = \ln(d_0^2/d^2)$, где d_0 и d – исходный и текущий диаметры). В дальнейшем заготовку зачехлили в медную оболочку и выдавили на Ø10 mm, после чего деформацию проводили методом волочения. По достижении Ø5 mm часть заготовки подвергли деформации методом КГЭ при температуре 77 К.

Особенность деформации методом КГЭ при низких температурах заключается в том, что объем вокруг образца в матрице заполняется индием, который имеет достаточную пластичность и низкий коэффициент упрочнения даже при температуре 4.2 К. Как показали опыты, использование при экструзии индия в качестве передающей давление среды дает такую же однородность свойств по объему, как и при гидроэкструзии.

Результаты и обсуждение

Ранее при исследовании свойств гидроэкструдированного циркония был обнаружен монотонный рост удельного сопротивления и микротвердости [3]. Максимальная истинная деформация при этом составила $\varepsilon \sim 1.6$. В работе [4] показано, что в зависимостях относительного сопротивления и термоэдс от деформации в области деформаций $\varepsilon \leq 9$ происходит насыщение, что может соответствовать стадии динамического равновесия. Характерным для такого состояния является прекращение процесса фрагментации зеренной структуры. Значительно увеличив степень деформации, обнаружили, что плато сменилось дальнейшим падением относительного сопротивления (рис. 1,а). Как показали структурные исследования, заметного прогресса в измельчении структуры циркония не произошло.

Возобновить процесс фрагментации можно, увеличив скорость или понизив температуру деформации. Однако цирконий имеет высокую вязкость, что ограничивает скорость деформации при волочении. Поэтому была предпринята попытка дальнейшего измельчения структуры за счет понижения температуры деформации до 77 К. За исходный был взят образец длиной 20 mm и Ø5 mm, истинная деформация ε которого при комнатной температуре составила 6.55. Образец подвергали деформации методом КГЭ при 77 К. После каждого этапа деформации проводили измерения относительного электросопротивления и микротвердости. Выборочно осуществляли также электронно-микроскопические исследования структуры.

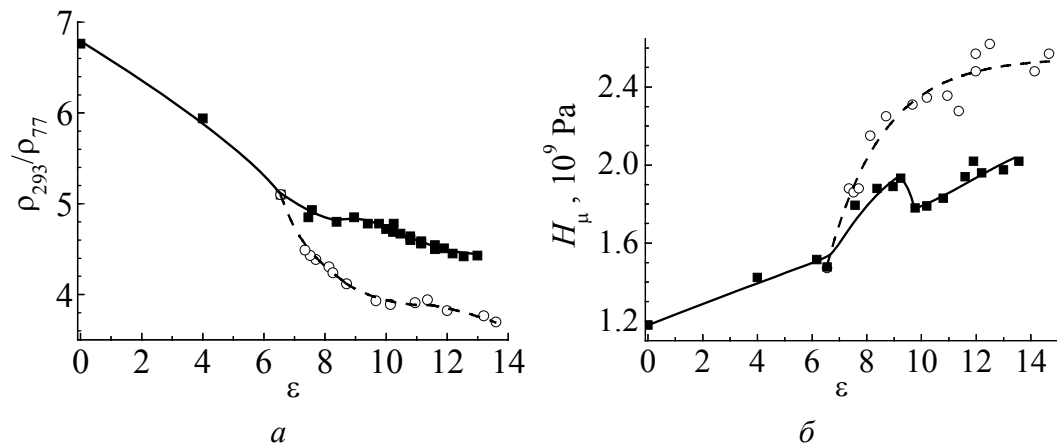


Рис. 1. Зависимости относительного сопротивления (а) и микротвердости (б) от деформации: ■ – деформация при 293 К, ○ – КГЭ при 77 К

Результаты измерений относительного электросопротивления и микротвердости представлены на рис. 1. Как и ожидалось, снижение температуры деформации привело к значительному понижению относительного сопротивления (рис. 1,а). Анализ кривых на рисунке показывает, что зависимость относительного сопротивления от деформации при температуре 293 К выходит на насыщение в области деформаций ~ 9 , после чего продолжается ее падение. Насыщение изменения относительного сопротивления с деформацией при температуре 77 К происходит при больших деформациях и при значительно меньшей величине относительного сопротивления. Такое смещение области насыщения связано с уменьшением вклада температурного фактора в создание условий динамического равновесия.

Микротвердость также оказалась довольно чувствительной к понижению температуры деформации. При исследовании зависимости микротвердости от деформации при комнатной температуре обнаружили, что на фоне общего роста микротвердости при деформации, соответствующей окончанию области насыщения относительного электросопротивления $\epsilon \sim 9$, имеет место разупрочнение. Применение низкотемпературной (77 К) деформации методом КГЭ позволило заметно повысить достигнутые максимальные значения микротвердости с 2000 до 2600 МПа. Можно также полагать, что на фоне экспериментального разброса точек, как и в ранее рассмотренном случае, также наблюдается разупрочнение. Сопоставляя кривые изменения микротвердости (рис. 1,б) с зависимостями относительного сопротивления, можем отметить, что смене характера зависимости относительного сопротивления от деформации предшествует незначительное разупрочнение, обусловленное динамическим возвратом, после чего начинается новая стадия структурообразования. Данная стадия характеризуется монотонным ростом микротвердости и уменьшением относительного сопротивления. Это может быть следствием стадийного изменения структуры циркония с деформацией, когда после этапа эффективного измельчения структуры наступает динамиче-

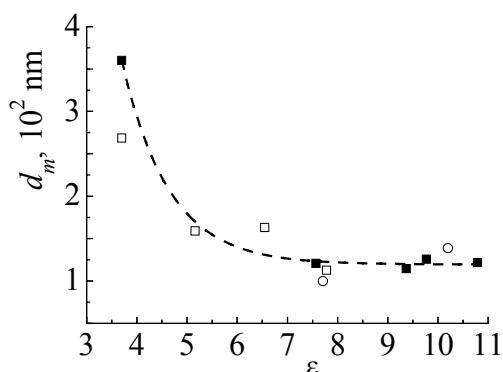


Рис. 2. Зависимость среднего размера зерна от деформации: ■, □ – деформация при 293 К, соответственно в продольном и поперечном направлениях; ○ – деформация КГЭ при 77 К

ское равновесие, наблюдающееся в небольшом интервале деформаций, а после достижения напряжением критического уровня возможен динамический возврат.

На рис. 2 приведены результаты структурных исследований. Необходимо отметить, что изменение среднего размера зерна с увеличением деформации как при волочении, так и при комбинации методов осадки-выдавливании и волочения выходит на насыщение и составляет около 100 nm. Причем полученная при этом зеренная структура оказывается близкой к

равноосной. На этом же рисунке приведены данные о среднем размере зерна, полученные для образцов после КГЭ при 77 К. Оказалось, что низкотемпературная деформация методом КГЭ не привела к ожидаемому уменьшению среднего размера зерна. Вероятно, низкотемпературная деформация является эффективной для измельчения структуры в области 5–0.5 μm . Сравнивая электронограммы для образцов, деформированных при разных температурах, можно отметить, что деформация при 77 К приводит к более выраженной текстуре при больших внутренних напряжениях.

Характер нашей экспериментальной зависимости среднего размера зерна от деформации $d_m(\epsilon)$ подобен аналогичной качественной картине, приведенной в [5]. В этой работе указывается, что выходу на насыщение зависимости $d_m(\epsilon)$ должны соответствовать максимальные концентрация вакансий и общая плотность дислокаций при малой плотности дислокаций внутри фрагментов. При этом будет продолжать увеличиваться только угол разориентации фрагментов зеренной структуры, что может обеспечить рост удельного и падение относительного сопротивления.

Выводы

Низкотемпературная деформация циркония методом КГЭ привела к значительному росту микротвердости и падению относительного сопротивления, что говорит об эффективном дефектообразовании при низкотемпературной деформации. Деформация циркония как при комнатной температуре, так и при температуре 77 К носит стадийный характер, а смена стадии сопровождается слабым разупрочнением, связанным с динамическим возвратом. Деформация сильнодеформированного циркония методом КГЭ при 77 К не привела к дополнительному измельчению структуры.

1. Р.З. Валиев, И.В. Александров, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. В.В. Рыбин, Большие пластические деформации и разрушение металлов, Металлургия, Москва (1986).
3. В.М. Ажажа, А.Н. Великодний, М.А. Тихоновский, И.Д. Толмачев, В.Г. Яровой, Вестник ХНУ №777, серия физическая, вып. 2, 89 (2007).
4. Г.А. Мочалов, А.И. Евстюхин, Г.А. Леонтьев, А.В. Севрюгина, Б.И. Береснев, Д.К. Булычев, в сб.: Металлургия и металловедение чистых металлов, вып. 12, 11 (1976).
5. А.И. Лотков, А.А. Батулин, В.Н. Гришков, В.И. Копылов, Физическая мезомеханика **10**, № 3, 67 (2007).

А.Н. Великодний, П.А. Хаймович, М.А. Тихоновский, Н.Ф. Андриевська, М.П. Старолат, Т.М. Тихоновська

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНА КВАЗІГІДРОЕКСТРУЗІЯ СИЛЬНОДЕФОРМОВАНОГО ЦИРКОНІЮ

Вивчено зміну структури відносного електроопору і мікротвердості цирконію в процесі інтенсивної пластичної деформації (ІПД) при кімнатній температурі і при температурі 77 К. Виявлено значне зростання мікротвердості і зменшення відносного електроопору при низькотемпературній квазігідроекструзії (КГЕ). При цьому з пониженням температури деформації не відбувається додаткового подрібнення зеренної структури.

A.N. Velikodnyi, P.A. Khaimovich, M.A. Tichonovsky, N.F. Andriyevskaya, M.P. Starolat, T.M. Tichonovskaya

LOW-TEMPERATURE SEMIHYDROEXTRUSION OF STRONGLY DEFORMED ZIRCONIUM

Change of structure, relative electroresistance and microhardness of zirconium during severe plastic deformation (SPD) is studied at a room temperature and 77 K. Significant growth of microhardness and reduction of relative electroresistance have been found at low-temperature semihydroextrusion (SHE). Thus, no additional refinement of grain structure with deformation temperature decrease has occurred.

Fig. 1. Dependences of relative electroresistance (*a*) and microhardness (*b*) on deformation: ■ – deformation at 293 K, ○ – SHE at 77 K

Fig. 2. Dependence of the medium grain size on deformation: ■, □ – deformation at 293 K, in longitudinal and transverse directions, respectively; ○ – SHE at 77 K