

05.1

## **Влияние интенсивной пластической деформации на механические свойства и субструктуру меди, содержащей наночастицы $\text{HfO}_2$**

© В.И. Бетехтин, К.В. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, С.А. Пульнев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург  
E-mail: Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 13 января 2005 г.

Изучено влияние интенсивной пластической деформации при прокатке на температурную зависимость прочности меди, содержащей наночастицы  $\text{HfO}_2$ . Термоактивационный анализ полученных данных показал, что введение частиц  $\text{HfO}_2$  не привело к изменению энергии активации и, следовательно, механизма разрушения. Основное влияние частиц  $\text{HfO}_2$  связано с повышением термостабильности субзерен и их разориентации, следствием чего является повышение термостабильности прочностных свойств. Отмечено существенное влияние прокатки на модуль упругости дисперсно-упрочненного композита.

Известно, что воздействие интенсивной пластической деформации на содержащие наночастицы окислов металлы ведет к повышению их механических свойств и, что особенно важно, к повышению термостабильности этих свойств. В настоящее время большое внимание уделяется изучению этих свойств при интенсивной пластической деформации, связанной с равноканальным угловым прессованием (РКУ) и сдвигом под давлением (например [1–4]); значительно меньше изучается влияние деформации прокаткой. Данная работа и посвящена изучению влияния деформации при прокатке на механические свойства меди, содержащей наночастицы  $\text{HfO}_2$ .

Композиция  $\text{Cu-HfO}_2$  готовилась из твердого раствора монокристаллов  $\text{Cu-0.8 wt.\%Hf}$ , выращенных по способу Степанова, в котором содержание Hf близко к его предельной растворимости при температуре плавления. Наночастицы окислов  $\text{HfO}_2$  формирова-

лись при выдержке твердого раствора в кислородосодержащей среде методом внутреннего окисления [2,4]. Вариация времени выдержки при температуре около  $1000^{\circ}\text{C}$  позволяла получать глубину слоя, содержащего частицы  $\text{HfO}_2$ , до 5 мм. Электронно-микроскопические исследования показали, что размеры окислов  $\text{HfO}_2$  лежат в пределах 10–50 нм.

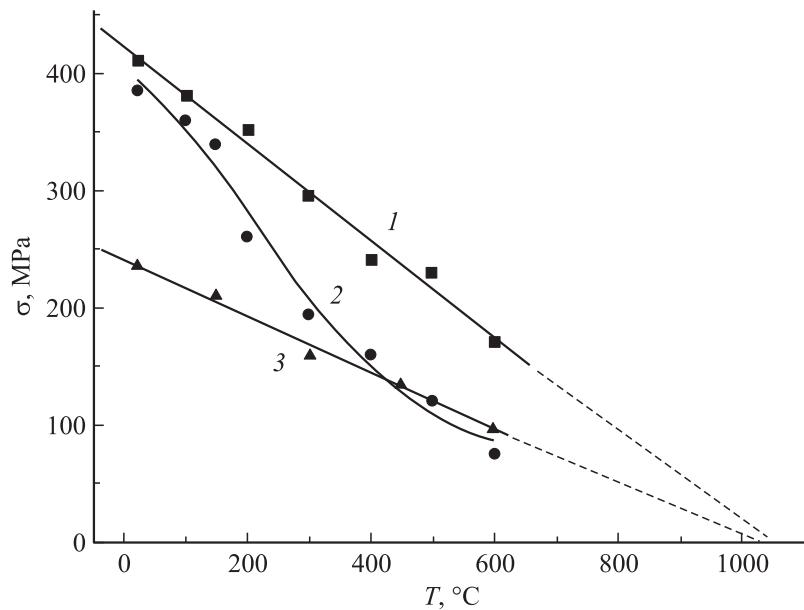
Интенсивная пластическая деформация проводилась за счет прокатки при комнатной температуре; максимальная степень прокатки составляла  $\approx 98\%$ .

Температурная зависимость прочности предельно прокатанного композита и для сравнения чистой меди определялась при растяжении образцов с постоянной скоростью нагружения  $\sigma = 25 \text{ МПа/с}$  вплоть до их разрыва. Термоактивационный анализ этой зависимости, проводимый на основании кинетического подхода к разрушению [5], позволял оценивать энергию активации разрушения ( $U_0$ ) и величину структурно-чувствительного коэффициента  $\gamma = V_0 \cdot \gamma'$ , где  $V$  — объем, близкий к объему атома, а  $\gamma'$  — безразмерный коэффициент локальных напряжений, возникающих в нагруженном материале при его деформации. Как было установлено в [6,7], величина и термостабильность коэффициента  $\gamma$  в металлах определяется величиной и термостабильностью малоугловой разориентации субзерен ( $\theta$ ) в деформированных до разрыва при разных температурах ( $T$ ) и напряжениях ( $\sigma$ ) образцах. В данной работе измерения ( $\theta$ ) проводились методом малоуглового рентгеновского рассеяния (МРР) [6].

Модуль Юнга оценивался из собственной частоты продольных колебаний образцов; колебания возбуждались электростатическим способом на специальной установке, созданной в ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН [3].<sup>1</sup>

Рассмотрим экспериментальные данные. На рисунке показана температурная зависимость прочности предельно прокатанных образцов композиции  $\text{Cu}-\text{HfO}_2$ . Видно, что разрывное напряжение линейно уменьшается с ростом  $T$ . Линейный ход зависимости прочности от температуры свидетельствует о том, что в исследуемом интервале  $T$ ,  $\sigma$  и скорости нагружения  $\dot{\sigma}$  (т.е. величине, обратной долговечности) для оценки величин  $U_0$  и  $\gamma$  можно воспользоваться следствиями из

<sup>1</sup> Измерения модуля проводил Ю.А. Буренков.



Температурная зависимость прочности для прокатанных образцов композиции Cu–HfO<sub>2</sub> (1) и Cu (2), а также для образцов отожженной Cu (3).

уравнения, связывающего долговечность ( $\tau$ ) с  $\sigma$  и  $T$  [5]:

$$\tau = \tau_0 \exp(U_0 - \gamma\sigma/kT). \quad (1)$$

Исходя из уравнения (1) в [8] было показано, что при  $\tau_0 \approx 10^{-13}$  s и  $\sigma \approx 10^7$  Pa/s величина

$$U_0 \approx 30kT_0, \quad (2)$$

а

$$\gamma \approx -30k(\Delta\sigma/\Delta T)^{-1}. \quad (3)$$

В формулах (2) и (3)  $k$  — постоянная Больцмана;  $T_0$  — значение температуры, полученное при экстраполяции линейной зависимости  $\sigma$  от  $T$  на ось  $\sigma = 0$ ;  $\Delta\sigma/\Delta T$  характеризует наклон этой зависимости.

Для корректности термоактивационного анализа (в нашем случае — оценки  $U_0$  и  $\gamma$ ) необходимо, как отмечалось в [9], убедиться в тождественности при изученных условиях испытания ( $\sigma$ ,  $T$ ,  $\sigma$ ) структурного

элемента, оказывающего определяющее влияние на изучаемый процесс разрушения. Как уже отмечалось, таким структурным элементом для металлов является разориентация субзерен. Учитывая это обстоятельство, в работе методом МРР была измерена разориентация субзерен в деформированных до разрыва при разных  $T$  образцах композиции  $\text{Cu-HfO}_2$ . Оказалось, что во всем интервале исследованных температур величина разориентации практически одинакова,  $\theta \approx 80 \pm 7'$ .

В [6,7] было показано, что если постоянство  $\gamma$  определяется постоянством  $\theta$  в испытанных при разных  $\sigma$  и  $T$  образцах, то сама величина  $\gamma$  в металле разного исходного состояния (отжига, степени прокатки и т.д.) обратно пропорциональна величине  $\theta$ . Последнее подтверждается и результатами данной работы. На рисунке приведена температурная зависимость прочности прокатанных, а затем отожженных образцов меди (стабилизирующий отжиг проводился при температуре, превышающей максимальную температуру испытания). Видно, что эта зависимость, как и в случае композиционного материала, носит линейный характер. Измерения разориентации субзерен показали, что величина  $\theta$  одинакова в разорванных при разных  $T$  образцах и составляет  $38 \pm 4'$ . Это значение в два раза меньше, чем в случае композиции  $\text{Cu-HfO}_2$ . Отметим, что значения напряжения разрыва в меди и композиции отличаются также практически в два раза.

Результаты структурных исследований свидетельствуют, таким образом, о корректности термоактивационного анализа температурных зависимостей прочности композита  $\text{Cu-HfO}_2$  и отожженной меди.

Проведенная по формуле (2) оценка показала, что значение энергии активации разрушения  $U_0$  в этих материалах одинаково (об этом свидетельствует экстраполяция зависимостей  $\sigma$  от  $T$  на ось  $\sigma = 0$ ) и составляет  $\approx 78 \text{ kcal/mol}$ . Полученная величина  $U_0$  хорошо совпадает со значением энергии межатомной связи атомов в меди (теплотой сублимации  $\approx 80 \text{ kcal/mol}$ ), что подтверждает ведущую роль материала матрицы в сопротивлении разрушения у дисперсно-упрочненного композита. Оценки по формуле (3) показали, что значения  $\gamma$  и  $\gamma'$  для композита соответственно  $1.1 \text{ nm}^3$  и  $35$ , а для меди  $2.37 \text{ nm}^3$  и  $77$ , т.е. подтверждается установленная в [6,7] обратно пропорциональная связь коэффициента  $\gamma(\gamma')$  с  $\theta$ .

С учетом связи  $\theta$  и  $\gamma(\gamma')$  проанализируем температурную зависимость прочности для образцов прокатанной меди (см. рисунок). Видно, что в области  $T \approx 18-150^\circ\text{C}$  эта зависимость практически линейна,

а измеренная разориентация в разорванных образцах  $\approx 80 \pm 7'$ , т. е. такая же, как для прокатанных образцов композита  $\text{Cu} + \text{HfO}_2$  (несколько большая прочность композита по сравнению с медью обусловлена, вероятно, наличием частиц  $\text{HfO}_2$ ). Однако при  $T > 150^\circ\text{C}$  прочность образцов  $\text{Cu}$ , подвергнутых прокатке, становится существенно меньше прочности композита  $\text{Cu}-\text{HfO}_2$ . Измерение ( $\theta$ ) показало, что при  $T > 150^\circ\text{C}$  в процессе растяжения образцов термостабильность субструктуры резко уменьшается. Так, в образцах, разорванных при 200 и  $400^\circ\text{C}$  величины  $\theta$  составляют соответственно  $60 \pm 5'$  и  $38 \pm 4'$ .

Таким образом, анализ полученных данных позволяет сделать вывод, что именно наличие наночастиц  $\text{HfO}_2$  обуславливает термостабильность субструктуры, образовавшейся после интенсивной пластической деформации прокаткой и, следовательно, термостабильность прочностных свойств дисперсно-упрочненного композиционного материала. Сделанный вывод согласуется с литературными данными по влиянию наночастиц окислов на термостабильность металлов, подвергнутых интенсивной пластической деформации, связанной с РКУ [10]. Согласно этим данным, структура ультразернистых металлов стабилизируется частицами окислов или второй фазы, расположенных на границах и в стыках зерен и субзерен.

При оценке влияния прокатки на модуль упругости ( $E$ ) композита  $\text{Cu}-\text{HfO}_2$  оказалось, что если исходное значение  $E \approx 127 \text{ GPa}$ , то после прокатки со степенями 50, 75, 94% величины  $E$  соответственно  $\approx 114.7$ ;  $\approx 93$ ;  $\approx 85 \text{ GPa}$ . Такое уменьшение  $E$  значительно больше, чем после воздействия на данную композицию деформации за счет РКУ [3].

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект 03–03–32606).

## Список литературы

- [1] Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И. и др. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск, 1994. С. 232.
- [2] Лебедев А.Б., Пульнев С.А., Ветров В.В. и др. // ФТТ. 1998. Т. 40. В. 7. С. 1268–1270.
- [3] Лебедев А.Б., Буренков Ю.А., Пульнев С.А. и др. // Изв. АН. Сер. Физ. 2000. Т. 64. В. 2. С. 381–384.

- [4] *Gertsman V.Y., Birringer R., Valiev R.Z.* // Scripta Met. Mat. 1994. V. 30. N 2. P. 229–234.
- [5] *Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.Е.* Кинетическая природа прочности твердых тел. М., 1974. С. 560.
- [6] *Журков С.Н., Бетехтин В.И., Слуцкер А.И.* // ФТТ. 1964. Т. 5. В. 5. С. 1326–1333.
- [7] *Бетехтин В.И.* // Проблемы прочности и пластичности твердых тел. Л.: Наука, 1979. С. 142–154.
- [8] *Slutsker A.I., Betekhtin V.I., Lee J.C.* // Acta Mater. 2004. V. 52. P. 2733–2738.
- [9] *Инденбом В.Л., Орлов А.Н.* // Термически активированные процессы в кристаллах. М.: Мир, 1973. В. 2. С. 3–22.
- [10] *Morris D.G., Morris M.A.* // Acta. Met. 1991. V. 39. N 8. P. 1763–1770.