

Влияние примеси на деформацию нанокристаллической меди при низких температурах

© В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, Б.И. Смирнов, А.Б. Лебедев, В.В. Ветров, С.А. Пульнев, В.И. Копылов*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

*Физико-технический институт Академии наук Белоруссии,
220730 Минск, Белоруссия

(Поступила в Редакцию 2 апреля 1998 г.)

Исследовано влияние частиц ZrO_2 на низкотемпературную деформацию нанокристаллической меди, полученной интенсивной пластической деформацией по методу равноканального углового прессования. Сравниваются характеристики деформации при растяжении и сжатии в области температур 4.2–400 К, измеренные для меди и композита $Cu:0.3 \text{ vol.}\% ZrO_2$. Показано, что в области температур 4.2–200 К предел текучести σ_s композита выше, чем у меди, и достигает 680 МПа при 4.2 К, затем до комнатной температуры σ_s близки, а при повышении температуры снова расходятся. Обсуждаются возможные причины различного влияния примеси на характеристики прочности и пластичности нанокристаллической меди в разных температурных областях.

При исследовании нанокристаллических материалов большой интерес вызывает влияние на их свойства примесей, позволяющих существенно улучшить термостабильность исходного структурного состояния. В [1,2] было показано, что небольшая добавка наночастиц ZrO_2 или HfO_2 сохраняет высокий уровень предела текучести ультрамелкозернистой меди до $\sim 500^\circ\text{C}$. Изучение влияния примесей важно также для понимания природы пластической деформации нанокристаллов. В [3] исследовались низкотемпературная деформация меди и никеля, полученных методом равноканального углового (РУГ) прессования, проявление ее неоднородности, а также температурная зависимость напряжений течения и их чувствительность к знаку нагрузки. В настоящей работе продемонстрировано влияние примеси, стабилизирующей ультрамелкое зерно, на низкотемпературную деформацию меди.

1. Методика проведения опытов

Опыты проводились на чистой меди (99.98%) и композите $Cu:ZrO_2$. Последний был получен из твердого раствора $Cu-0.15 \text{ wt.}\% Zr$ методом внутреннего окисления [4] и содержал 0.3 vol.% ZrO_2 в виде наночастиц размером около 10 nm. Ультрамелкозернистая структура была получена методом многократного (до 16 раз) РУГ-прессования с поворотом бруска на 90° после каждого цикла [5–8]. Электронно-микроскопические исследования показали, что размер зерен в обоих материалах не превышает 200 nm. В результате рентгеноструктурного анализа было установлено, что для чистой меди основной вклад в уширение линий вносит малая величина областей когерентного рассеяния (около 50 nm), а в композите линии более широкие с близкими по величине вкладами в уширение от размера областей когерентного рассеяния ($\sim 55 \text{ nm}$) и от искажений решетки, причем относительное изменение параметра ре-

шетки $\Delta a/a$, вызванное внутренними напряжениями, составляет $2.5 \cdot 10^{-3}$.

После РУГ-прессования получались бруски длиной около 50 mm с поперечными размерами $\sim 14 \times 14 \text{ mm}$. Образцы для механических испытаний вырезались вдоль длинной стороны бруска и имели следующие размеры: высота 6 mm для сжатия, длина рабочей части 15 mm для растяжения, диаметр 3 mm в обоих случаях. Образцы деформировались на универсальной испытательной машине Instron 1342 в области температур 4.2–400 К. Опыты при низких температурах проводились в гелиевом криостате фирмы Oxford. Охлаждение образца до температур $T \geq 77 \text{ K}$, а также предварительное охлаждение при испытаниях в области температур 4.2–77 К осуществлялись с помощью жидкого азота. Жидкий гелий подавался в криостат с помощью двух насосов, создававших в криостате слабое разрежение. Скорость деформации составляла $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

2. Результаты опытов и их обсуждение

На рис. 1 приведены в качестве примера диаграммы растяжения и сжатия композита $Cu:ZrO_2$ при различных температурах (данные для меди приведены в [3]), а в табл. 1,2 — основные характеристики пластической деформации: предел текучести σ_s при разных температурах для растяжения и сжатия, максимальное напряжение при растяжении σ_b , полное относительное удлинение в момент разрыва δ и сужение в "шейке" ψ для меди и композита, а также коэффициент упрочнения при сжатии. Видно, что при комнатной температуре характеристики пластичности и прочности меди и композита различаются слабо. При гелиевой температуре для композита прочность и предел текучести выше, а коэффициент упрочнения при сжатии ниже, чем для чистой меди. При растяжении с понижением температуры равномерная деформация увеличивается, а локализованная (сужение

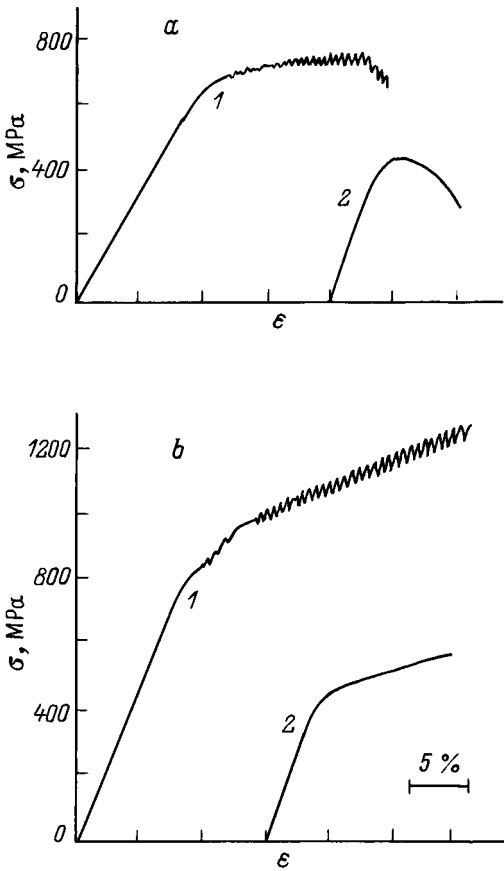


Рис. 1. Кривые деформации нанокристаллов Cu:ZrO₂ (напряжение σ – деформация ϵ) при растяжении (a) и сжатии (b). T (K): 1 – 4.2, 2 – 290.

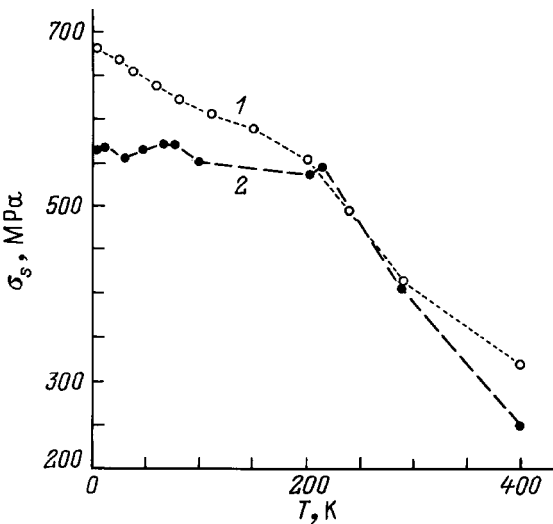


Рис. 2. Температурная зависимость предела текучести для нанокристаллов Cu:ZrO₂ (1) и Cu (по данным [3]) (2).

в "шейке") падает. Анизотропия к знаку нагрузки (при сжатии предел текучести выше, чем при растяжении), обнаруженная в нанокристаллических меди и никеле

в [3], имеет место и для композита (табл. 1 и 2). Как и в чистых металлах, она усиливается с понижением температуры, но по величине это различие в композите меньше, чем в чистой меди. Если действительно рассматриваемый эффект связан с большими возможностями для локальной релаксации на самых ранних стадиях деформирования при растяжении [3], то неудивительно, что наночастицы ZrO₂ могут препятствовать релаксации.

При температуре жидкого гелия пластическая деформация композита Cu:ZrO₂ неустойчива: наблюдаются скачки, однако амплитуда их невелика. Какого-либо существенного различия в кинетике скачкообразной деформации меди и композита замечено не было. Это, с нашей точки зрения, подтверждает модели скачкообразной деформации при гелиевых температурах, основанные на локальных разогревах, поскольку в альтернативных моделях, связывающих скачки на диаграммах с лавинами дислокаций, отрывающихся от препятствий, должно было бы проявиться закрепление дислокаций на частицах ZrO₂.

На рис. 2 приведены температурные зависимости предела текучести при сжатии для меди и композита, измеренные путем последовательных нагружений с постоянной скоростью деформации при ступенчатом повышении температуры. При этом определялись приращения напряжений течения на каждой ступеньке с дальнейшим их пересчетом на изменение предела текучести. Как следует из рис. 2, можно выделить три температурные области: ниже ~ 200 К и выше ~ 300 К, где предел текучести композита выше, чем для меди, и промежуточная область 200–300 К, где значения σ_s для Cu и Cu:ZrO₂ практически совпадают. Это дает основание утверждать, что наличие частиц ZrO₂ сказывается как в высокотемпературной области (по-видимому, из-за их влияния на процесс рекристаллизации; с этим связано явление термической стабильности нанокристаллического состояния композита [1]), так и в низкотемпературной, где воз-

Таблица 1. Характеристики деформации нанокристаллов Cu и Cu:ZrO₂ при сжатии

T, K	Медь		Композит Cu:ZrO ₂	
	4.2	290	4.2	290
σ_s , MPa	578	403	680	412
$d\sigma/d\epsilon$, MPa	3473	1123	2078	1275

Таблица 2. Механические свойства нанокристаллов Cu и Cu:ZrO₂ при растяжении

T, K	Медь		Композит Cu:ZrO ₂	
	4.2	290	4.2	290
σ_s , MPa	448	382	637	398
σ_b , MPa	550	435	698	431
δ , %	15	10	18	10
ψ , %	57	77	33	64

можно непосредственное торможение скольжения или двойникования частицами ZrO_2 на начальной стадии деформации. Однако коэффициент упрочнения у меди при 4.2 К выше, чем у композита, и поэтому при дальнейшем деформировании напряжения течения сближаются. В промежуточной температурной области наночастицы ZrO_2 не вносят, очевидно, существенного вклада в упрочнение, создаваемое границами зерен для области малых деформаций (на уровне предела текучести) и проявляют себя, лишь слегка увеличивая коэффициент упрочнения в области больших деформаций. Столь сложный характер изменения предела текучести и напряжений течения с температурой и при легировании еще раз свидетельствует о том, что упрочнение нанокристаллических материалов не может быть описано простым соотношением типа формулы Холла–Петча [3,9–11].

Таким образом, в настоящей работе изучена деформация нанокристаллической меди с небольшими добавками ZrO_2 . Показано, что в низкотемпературной области изменение предела текучести для композита более существенное, чем для меди. При 4.2 К максимальная величина σ_s равна 680 МПа, а напряжения течения могут достигать ~ 700 МПа при растяжении и более 1 ГПа при сжатии. Эти величины в 1.5–2 раза превышают известные данные для холоднотянутой меди [12] и свидетельствуют о том, что нанокристаллическое состояние легированного материала, возможно, является структурой с наиболее высоким сопротивлением пластической деформации и разрушению.

Авторы выражают благодарность И.Н. Зимкину и Г.Д. Мотовилиной за проведение рентгеновских и электронно-микроскопических исследований.

Работа выполнена при финансовой поддержке Научного совета по МНТП "Физика твердотельных наноструктур" (проект 97-3006).

Список литературы

- [1] A.B. Lebedev, S.A. Pulnev, V.I. Kopylov, Yu.A. Burenkov, V.V. Vetrov, O.V. Vylegzhanin. *Scripta Mater.* **35**, 9, 1077 (1996).
- [2] А.Б. Лебедев, С.А. Пульнев, В.В. Ветров, Ю.А. Буренков, В.И. Копылов, К.В. Бетехтин. *ФТТ* **40**, 7, 1268 (1998).
- [3] В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, Б.И. Смирнов, В.В. Ветров, С.А. Пульнев, В.И. Копылов. *ФТТ* **40**, 7, 1264 (1998).
- [4] I.-W. Chen, Y.-H. Chiao. *Acta Met.* **31**, 1627 (1983).
- [5] В.М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов. *Изв. АН СССР. Металлы*, **1**, 115 (1981).
- [6] Н.А. Ахмадеев, Р.З. Валиев, В.И. Копылов, Р.Р. Мулюков. *Металлы*, **5**, 96 (1992).
- [7] В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов, Д.А. Павлик, В.Ф. Мальшев. *Процессы пластического структурообразования металлов. Наука и техника, Минск* (1994). 232 с.
- [8] S. Ferrasse, V.M. Segal, K.T. Hartwig, R.E. Goforth. *Met. Mat. Trans.* **28A**, 1047 (1997).
- [9] Г.А. Малыгин. *ФТТ* **37**, 8, 2281 (1995).
- [10] J.E. Carsley, J. Ning, W.W. Milligan, S.A. Hackney, E.S. Aifantis. *Nanostruct. Mater.* **5**, 4, 441 (1995).
- [11] М.Ю. Гуткин. *Модели дефектов и механизмы пластической деформации в неоднородных средах с мезо- и наноструктурой. Автореф. докт. дисс. ИПМаш РАН, СПб, (1997). 34 с.*
- [12] D.A. Wigley. *Mechanical Properties of Materials at Low Temperatures.* Plenum Press, N. Y.–London (1971). 373 p.