

PACS: 61.72.Bb

С.В. Добаткин^{1,2}, Г.А. Салищев³, А.А. Кузнецов², А.В. Решетов⁴,
А.С. Сынков⁴, Т.Н. Конькова³

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ БЕСКИСЛОРОДНОЙ МЕДИ ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ СПОСОБОВ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

¹Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
Ленинский просп., 49, г. Москва, 119991, Россия,
E-mail: dobatkin@ultra.imet.ac.ru

²Московский государственный институт стали и сплавов,
Ленинский просп. 4, г. Москва, 119049, Россия

³Институт проблем сверхпластичности металлов РАН
ул. С. Халтурина, 39, г. Уфа, 450001, Россия

⁴Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Структура и свойства бескислородной меди (99.98%) были изучены после различных способов интенсивной пластической деформации (ИПД): равноканального углового прессования (РКУП), мультиосевой деформации (МД), винтового прессования (ВП) и аккумуляруемой прокатки с соединением (АПС) в зависимости от степени деформации при комнатной температуре вплоть до истинной деформации 30–50. ИПД формирует субмикроструктуру с размером зерна 200–250 нм и преимущественно высокоугловыми (75–94%) границами. После РКУП структура наиболее однородна. Прочностные характеристики возрастают с увеличением степени деформации и достигают практически установившейся стадии при $\varepsilon \approx 5$. На этой стадии для АПС, МД и ВП $\sigma_B = 460\text{--}480$ МПа, а для РКУП $\sigma_B = 430\text{--}440$ МПа. Наименьшее значение пластичности $\delta = 4\text{--}5\%$ соответствует АПС, а максимальное $\delta = 18\%$ – МД и РКУП.

1. Введение

В последние годы большой интерес вызывает использование способов ИПД для получения металлов и сплавов с ультрамелким зерном, в десятки и сотни раз меньшим, чем в традиционных материалах [1,2]. Основными способами ИПД являются РКУП [3], МД [4], ВП [5] и АПС [6]. В настоящее время имеется достаточно большое количество данных по структуре и свой-

ствам различных материалов, полученных указанными способами в различных условиях деформации. Было бы интересно сравнить эффективность этих схем для измельчения зерна и повышения комплекса механических свойств на одном материале в близких условиях деформации.

Целью работы является сравнительное изучение структуры и механических свойств бескислородной меди MO_6 после различных способов ИПД (РКУП, МД, ВП и АПС) в зависимости от степени холодной деформации (вплоть до истинных деформаций 30–50).

2. Материал и методика испытаний и исследований

Для исследований была выбрана бескислородная медь марки MO_6 (99.98%) ГОСТ 859–78, полученная на ОАО «Кольчугцветмет» способом полунепрерывного литья при переплавке катодов в защитной атмосфере. Изготовленные слитки подвергали горячему прессованию и последующему волочению с целью получения прутков диаметром 20 и 40 мм (ГОСТ 10988–75) или горячей и последующей холодной прокатке для производства ленты толщиной 1 мм (ГОСТ 15471–77). Медь была выбрана в качестве материала, способного деформироваться при комнатной температуре до больших степеней деформации. Предварительной термообработке перед ИПД подвергали только образцы для АПС, которые отжигали в течение 30 мин при температуре 420°C. Остальные образцы деформировали в состоянии поставки с завода.

РКУП проводили на вертикальном гидравлическом прессе с усилием 250 т на установке с двумя каналами одинакового поперечного сечения, пересекающимися под углом 90°. Прессование осуществляли при температуре 20°C на образцах диаметром 20 мм и длиной 80 мм. Скорость движения плунжера при РКУП составляла 1.0 мм/с. В качестве смазки использовали смесь ВАПР и мелкочешуйчатого графита в соотношении 4:1. Эксперимент проводили без противодействия.

Одним из основных параметров РКУП является маршрут, определяющий плоскость сдвига при многократной деформации и соответственно изменяющий закономерности процессов структурообразования [7]. Различают, как правило, три маршрута при РКУП: A – без поворота образца вокруг своей оси при повторной деформации, B_c – с последовательным поворотом образца на 90° вокруг своей оси (маршрут B_a предполагает поворот на $\pm 90^\circ$) и C – с поворотом образца на 180° вокруг своей оси при многократной деформации. Максимальное количество проходов по маршрутам A , B_c и C в настоящем исследовании составило $N = 25$, что соответствует истинной деформации $\varepsilon \sim 29$ [3]. Дальнейшее прессование было невозможно ввиду сильной дефектности образцов и их частичного разрушения.

МД проводили при комнатной температуре на прессе ПА-2638 усилием 6.3 МН последовательными операциями «осадка–протяжка» со сменой оси прилагаемого деформирующего усилия. За один цикл осуществляли 18 об-

жатию по 20–50%. Скорость движения прессового инструмента в процессе осадки составляла 0.4 mm/s. По завершении цикла форма образца стремилась к исходной – Ø 40, длина 70 mm. Исследования проводили после 2, 4, 6, 10 и 20 циклов, что соответствовало максимальной истинной деформации $\varepsilon \approx 50$.

ВП осуществляли при комнатной температуре на образцах размером $\sim 18 \times 28 \times 80$ mm с углом наклона винтовой линии к оси прессования $\beta = 52\text{--}53^\circ$. Провели 9, 13 и 15 проходов, что соответствовало максимальной истинной деформации $\varepsilon \approx 14$. Дальнейшее прессование было невозможно из-за частичного разрушения образцов. Скорость движения пуансона составляла 2.5 mm/s. Эксперимент проводили без противодействия.

АПС осуществляли на двухвалковом прокатном стане с диаметром валков 165 mm при комнатной температуре на полосах исходного размера $1.0 \times 45 \times 300$ mm. Скорость прокатки составляла 6 m/min. Полосы складывали вдвое и прокатывали с обжатием $\sim 50\%$. Затем разрезали полосу пополам, обрезали кромки, снова складывали вдвое и опять прокатывали с обжатием $\sim 50\%$. Осуществили 2, 5, 8 и 10 проходов, что соответствовало истинной деформации $\varepsilon \approx 8.0$. Дальнейшая прокатка была нецелесообразна, так как геометрические размеры образцов уменьшились из-за обрезки кромок.

Провести деформацию при различных схемах ИПД в идентичных условиях (скорость деформации, деформирующее усилие, разогрев) практически невозможно, однако эксперименты были спланированы так, чтобы обеспечить наиболее близкое соответствие.

Механические испытания образцов на растяжение после ИПД проводили при комнатной температуре на испытательной машине «Инстрон 1196» со скоростью нагружения 1 mm/min. Образцы для механических испытаний были двух видов: круглые с диаметром рабочей части 3 mm и длиной 16 mm для схем РКУП, МД и ВП и плоские образцы с размером рабочей части $1 \times 4 \times 20$ mm для схемы АПС.

Металлографическую структуру исследовали на световом микроскопе Olympus PME 3, а электронную – на микроскопе JEM-100CX. Размер структурных элементов определяли по 100–200 замерам на светлопольных изображениях, полученных на двух фольгах.

Распределение разориентировок границ структурных элементов было установлено методом обратно отраженных электронов (EBSD-метод) с использованием сканирующего электронного микроскопа Philips XL-30 FEG и ориентационной системы изображений TSL.

Микротвердость определяли на испытательном приборе М-400-Н «Лесо» с нагрузкой 50 g.

3. Результаты и обсуждение

Изучение механических свойств меди MO_6 после РКУП показало, что прочностные характеристики, такие как временное сопротивление разрушению и предел текучести, возрастают в 1.5–1.7 раза (рис. 1). После 5-го цикла деформации они достигают практически постоянных значений и при дальнейшей

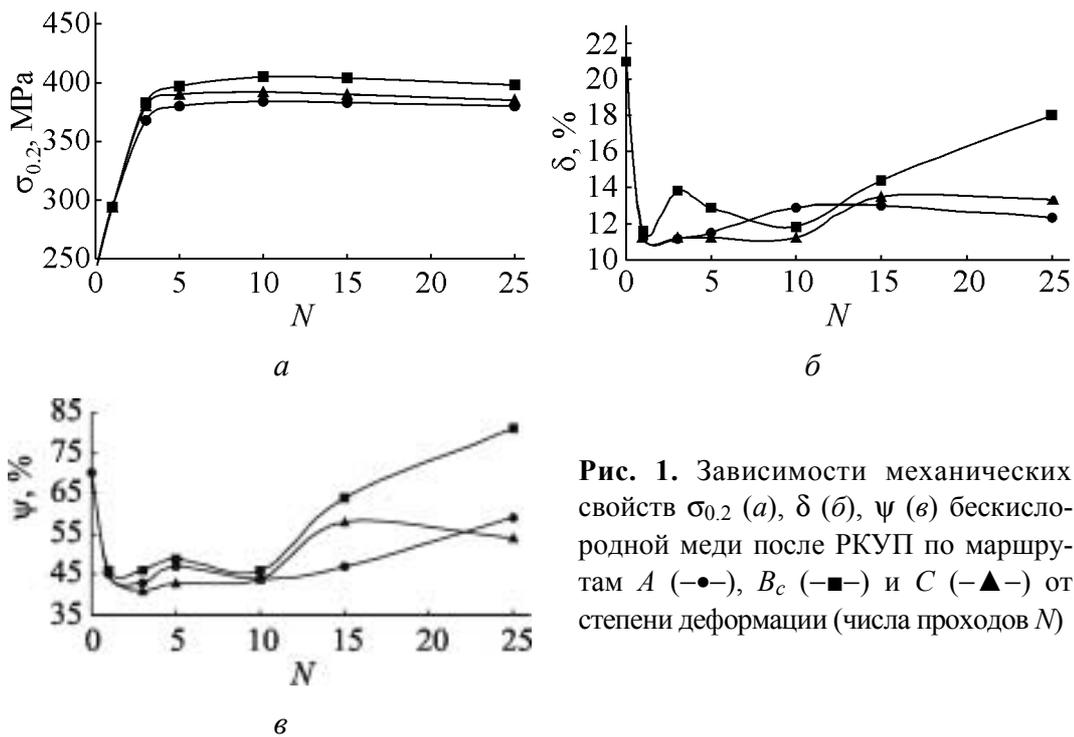


Рис. 1. Зависимости механических свойств $\sigma_{0.2}$ (а), δ (б), ψ (в) бескислородной меди после РКУП по маршрутам А (—●—), В_с (—■—) и С (—▲—) от степени деформации (числа проходов N)

деформации меняются мало (рис. 1,а). Заметно различие (небольшое) прочностных свойств в зависимости от маршрута прессования. Прочность уменьшается в ряду маршрутов В_с–С–А [8]. Максимальные значения всех прочностных характеристик соответствуют деформации по маршруту В_с. Например, предел текучести образцов меди, обработанных по маршруту В_с, составил 405 МПа, а деформированных по маршруту А – 385 МПа.

Пластические характеристики, такие как удлинение и сужение, уменьшаются на начальной стадии РКУП при $N = 1$ по сравнению с исходным состоянием, но затем стабилизируются или возрастают, особенно после $N = 15$ (рис. 1,б,в). Наибольшее увеличение пластичности наблюдали при деформации по маршруту В_с: после $N = 25$ $\delta = 18\%$ и $\psi = 81\%$ (в исходном состоянии $\delta = 21\%$ и $\psi = 70\%$). Аналогичное повышение пластичности было обнаружено в [9,10] и объяснялось зернограницным скольжением [11].

При сравнении различных схем ИПД видно, что прочностные характеристики меди отличаются несущественно (рис. 2). АПС имеет наибольшие значения деформационного упрочнения и прочностных характеристик, но наименьшие значения пластичности ($\delta = 5\%$). Наиболее благоприятное сочетание прочности и пластичности в меди было получено после МД ($\sigma_B = 460$ МПа, $\delta \cong 18\%$). РКУП позволяет достичь подобной комбинации свойств, но после большой степени деформации ($\epsilon \sim 30$) и только по маршруту В_с, когда значения удлинения повышаются. При МД такое сочетание свойств устанавливается после двух проходов ($\epsilon \sim 5$).

Подобная комбинация механических свойств определяется структурой, формирующейся в ходе различных способов ИПД.

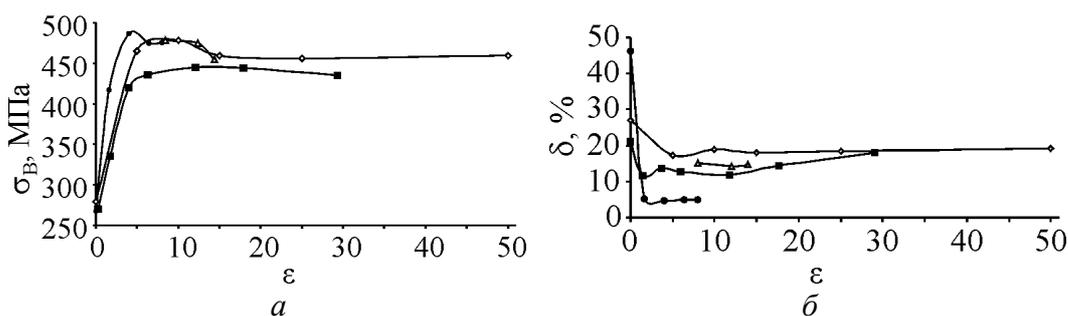


Рис. 2. Зависимости механических свойств σ_B (а), δ (б) бескислородной меди после различных способов ИПД от степени истинной деформации: —●— — АПС, —◇— — МД, —△— — ВП, —■— — РКУП (маршрут B_c)

Металлографический анализ меди после РКУП показал, что на начальных стадиях исходные зерна ориентируются под углом к оси образца, но при этом субструктура исходных зерен не вытравливается. При больших степенях деформации (например, $N = 25$) не вытравливаются ни исходные границы зерен, ни границы вновь образованных структурных элементов.

Электронно-микроскопический (ЭМ) анализ выявил формирование в основном ориентированной ячеистой и субзеренной структур с повышенной плотностью дислокаций после $N = 1$ (рис. 3,а). Появление отдельных равноосных субмикронных зерен размером 100–200 нм с высокоугловыми границами наблюдали после третьего цикла деформации $N = 3$ (рис. 3,б). Но главным образом структура представляла собой частично ячеистую, частично полигонизованную ориентированную структуру с малоугловыми границами. Считается, что в материалах с высокой энергией дефектов упаковки формирование нано- и субмикроструктур при ИПД идет через ячеистую структуру, а в материалах с низкой энергией — через всевозможные полосы деформации и сдвига [2]. Поэтому в меди при ИПД, в частности РКУП, с относительно небольшими деформациями на электронном микроскопе наблюдается преимущественно ориентированная структура. За счет продолжающейся деформации и генерирования дислокаций образуются перемычки в ориентированной субструктуре, структурные элементы скругляются, их разориентировка растет, и в конечном итоге появляются новые зерна с высокоугловыми границами.

С увеличением степени деформации до $N = 5$ доля равноосных субзерен и зерен увеличивается, особенно по маршруту B_c . При $N = 10$ по маршруту B_c практически весь объем занимают равноосные структурные элементы (рис. 3,в), хотя при РКУП с тем же числом проходов по маршрутам A и C наблюдали ориентированные участки структуры [8]. То есть наиболее равноосная структура формируется быстрее всего по маршруту B_c . При продолжении деформации до $N = 15$ и $N = 25$ характер структуры на разных маршрутах не изменяется: равноосная — на маршруте B_c (рис. 3,г), несколько ориентированная — на маршрутах A и C . Маршрут A соответствует большей ориентированности структуры. По маршруту B_c при $N = 15$ и $N = 25$ можно отметить наличие небольшого количества относи-

тельно крупных зерен размером 1.0–1.5 μm . О наличии зеренной структуры судили по кольцевой электронограмме с множеством точечных рефлексов, а также по двойному контрасту на границах структурных элементов. Можно утверждать, что при $N = 3\text{--}5$ количество зерен в структуре меди после РКУП по маршруту B_c больше, чем по маршрутам A и C . При деформации в интервале $N = 10\text{--}25$ электронно-микроскопическим методом определить долю зеренной структуры, образующейся при РКУП по разным маршрутам, практически невозможно.

Средний размер структурных элементов, определенных электронно-микроскопически, при $N = 15\text{--}25$ составил 180–225 nm для всех маршрутов (табл. 1). Можно отметить, что с увеличением деформации до 25 проходов размер структурных элементов практически не меняется, о чем косвенно свидетельствует и установившаяся стадия значений предела текучести и микротвердости при этих деформациях. Зависимость размеров структурных элементов от маршрута РКУП фактически тоже отсутствует, так как величины этих размеров находятся практически в пределах ошибки определения. Несколько меньший размер, полученный по маршруту A , можно объяснить тем, что в ориентированной структуре измеряли кратчайшее расстояние между границами и/или субграницами.

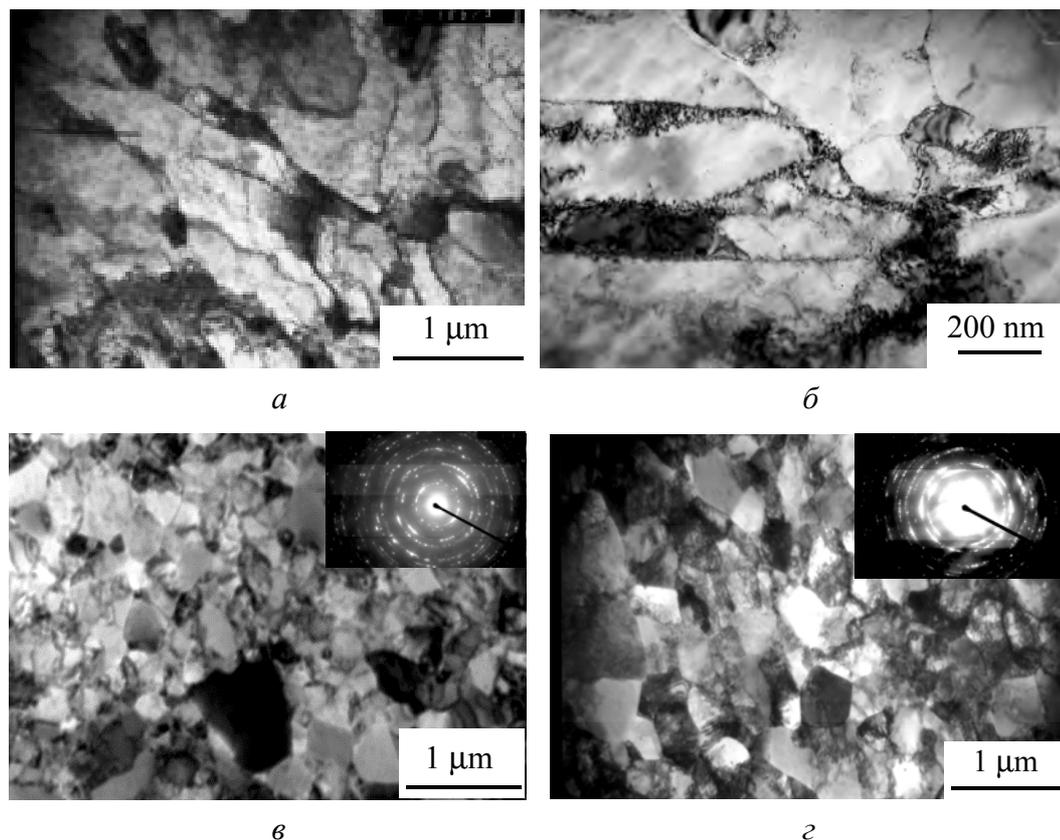


Рис. 3. Структура бескислородной меди после РКУП при комнатной температуре по маршруту B_c в зависимости от степени деформации (числа проходов N) (ЭМ-анализ): $a - N = 1$, $b - 3$, $c - 10$, $d - 25$

Размеры (nm) структурных элементов после РКУП по различным маршрутам (ЭМ-анализ)

Маршрут	Количество проходов N	
	15	25
A	195	180
B_c	200	215
C	225	210

Как было отмечено выше, наиболее равноосная структура формируется при РКУП по маршруту B_c . Необходимо, правда, учесть, что:

1) форма структурных элементов зависит от плоскости вырезки фольги. В данной работе плоскость фольги соответствовала произвольно ориентированной плоскости вдоль оси образца;

2) ориентированность структуры также зависит от маршрута РКУП, поскольку при многократной деформации последовательность чередования плоскостей сдвига различна [3,7]. При определенном числе проходов исходный структурный элемент может даже восстанавливать свою форму. Это, по-видимому, должно относиться к исходному зерну, а не к субструктуре внутри него. Например, согласно [7] при РКУП по маршруту C структурный элемент должен восстанавливать свою исходную форму во всех трех плоскостях (X, Y, Z) при $N = 10$, а мы наблюдали ориентированную структуру. Но в любом случае различные плоскости сдвига и их чередование должны влиять на форму ячеек, субзерен и субмикронных зерен, образующихся внутри исходного деформированного зерна.

Механизм сохранения преимущественно равноосной структуры при увеличении деформации с $N = 10$ до $N = 25$ по маршруту B_c до конца не ясен. По-видимому, существенный вклад в деформацию дает межзеренное проскальзывание вследствие очень большой площади субмикрозернограничных поверхностей. Хотя повышенная плотность дислокаций в отдельных зернах даже при $N = 25$ свидетельствует о наличии внутризеренной деформации.

Повышение пластичности при $N \geq 15$, особенно для маршрута B_c , предположительно можно объяснить увеличением межзеренного проскальзывания и, возможно, влиянием структуры типа «бимодальной», выявленной для маршрута B_c при ТЕМ-анализе [8], которая, как было установлено ранее, также приводит к повышению пластичности [12].

ЭМ-анализ выявил подобие и различие процессов структурообразования после различных схем ИПД (рис. 3, 4). При МД размер структурных элементов уменьшается с увеличением степени деформации и при $\epsilon \sim 15$ становится практически неизменным (рис. 5). Характер структуры при этом изменяется от преимущественно субзеренной с высокой плотностью свободных дислокаций при $\epsilon \sim 5$ до преимущественно зеренной с высокоугловыми границами и низкой плотностью свободных дислокаций при $\epsilon > 25$ (см. рис. 4,а,б).

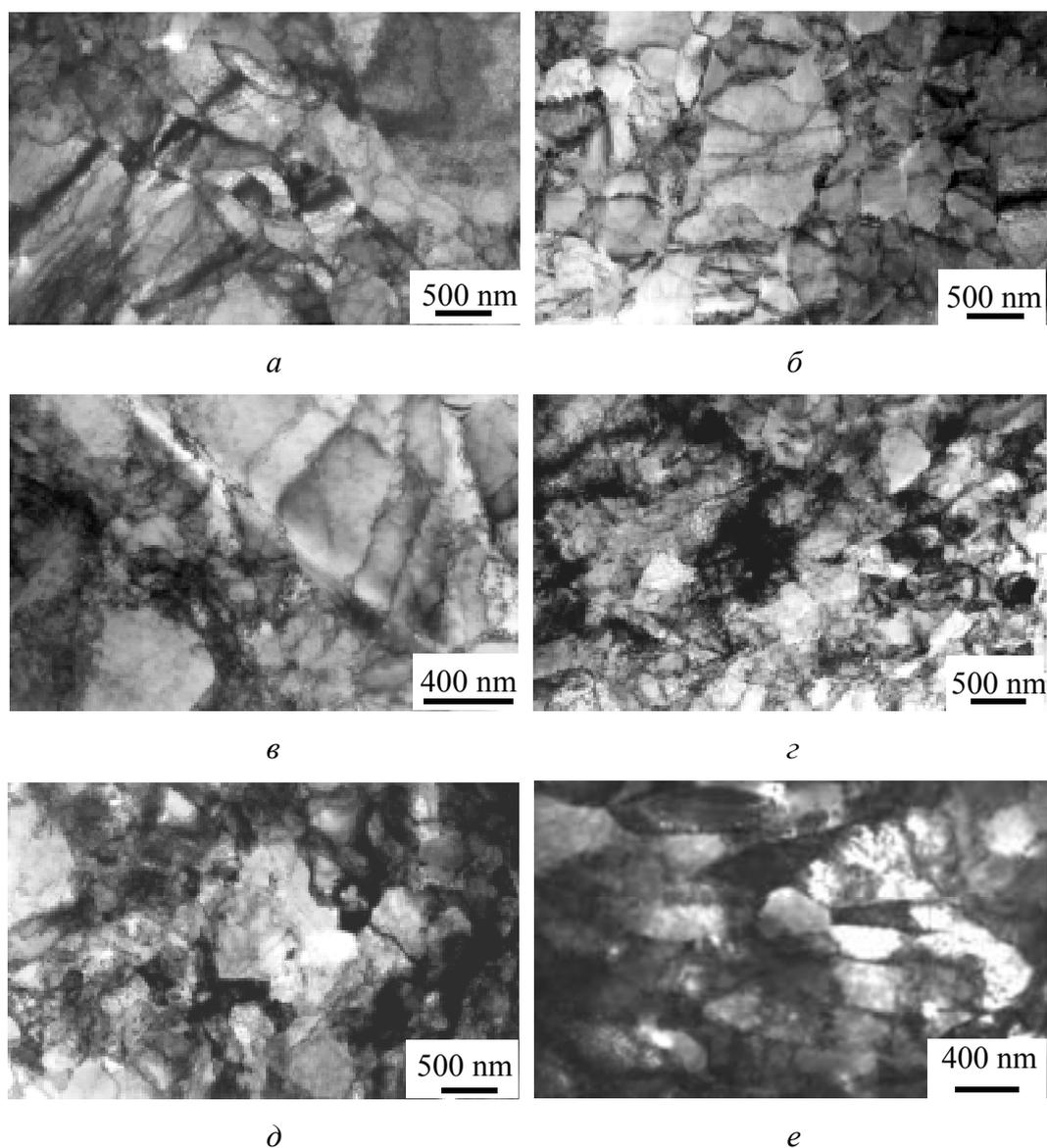


Рис. 4. Структура бескислородной меди после различных способов ИПД (ЭМ-анализ): МД ($a - \varepsilon = 5$, $b - 50$); АПС ($c - \varepsilon = 1.6$, $d - 8$) и ВП ($e - \varepsilon = 8.4$, $e - 14$)

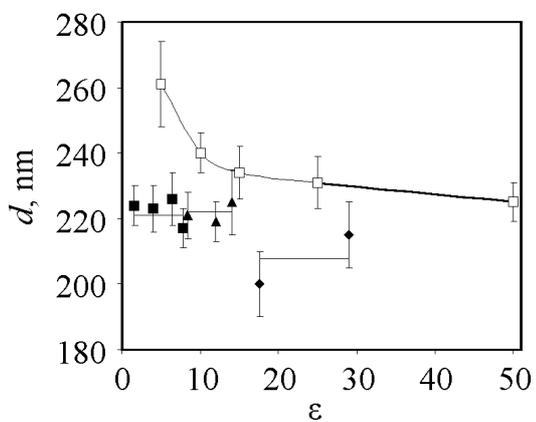


Рис. 5. Размеры структурных элементов бескислородной меди в зависимости от степени истинной деформации при комнатной температуре после различных способов ИПД: □ – МД, ▲ – ВП, ◆ – РКУП, ■ – АПС

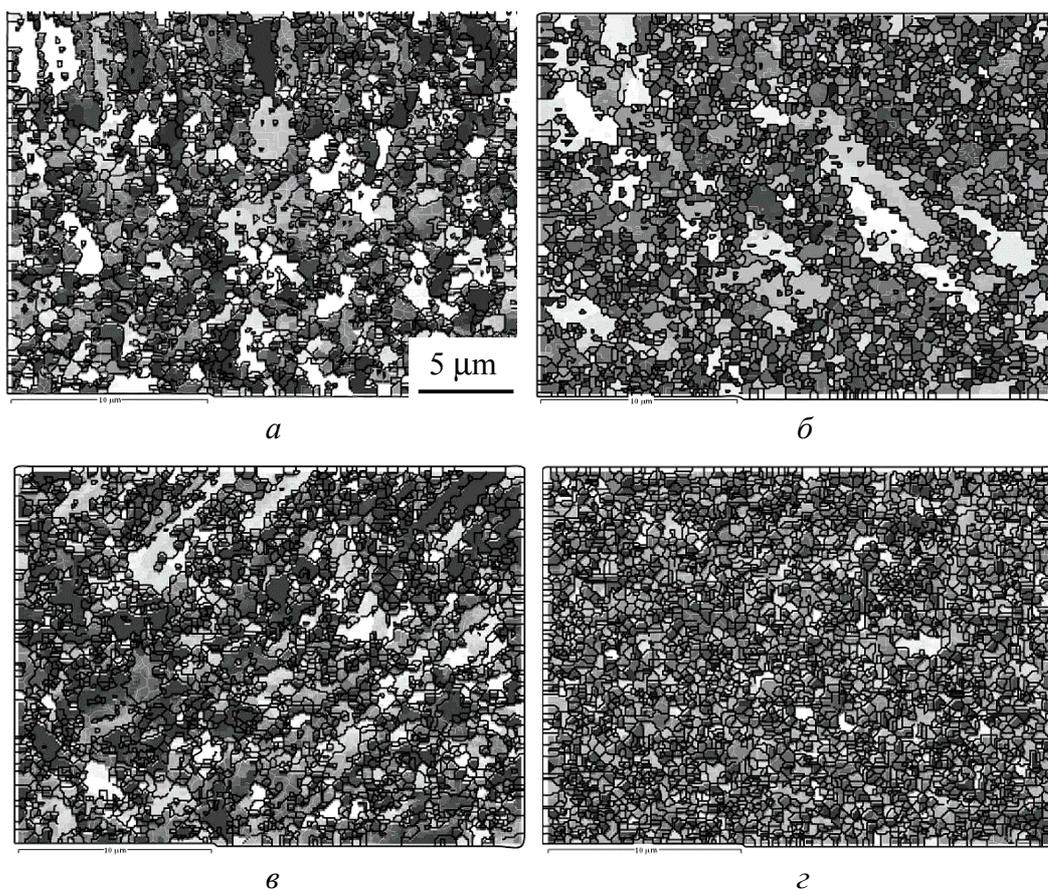


Рис. 6. Структура бескислородной меди после различных способов ИПД (EBSD-анализ): *a* – МД, $\varepsilon = 50$; *б* – АПС, $\varepsilon = 8$; *в* – ВП, $\varepsilon = 14$; *г* – РКУП, $\varepsilon = 29$

При АПС размер структурных элементов практически не изменяется в изученных условиях при $\varepsilon \sim 1.6\text{--}8.0$ (рис. 5). При этом в структуре наблюдали достаточно высокую плотность дислокаций (см. рис. 4, *в, г*). После ВП также наблюдали повышенную плотность дислокаций и практически неизменный размер зерна в интервале $\varepsilon \sim 8.4\text{--}14.0$ (рис. 4, *д, е* и 5).

На рис. 5 показана зависимость размера структурных элементов от степени истинной деформации для различных способов ИПД. Видно, что за исключением одного значения для МД с $\varepsilon \sim 4$, все остальные величины размеров близки и лежат практически в пределах ошибки эксперимента. В данном случае размеры структурных элементов для РКУП соответствуют маршруту B_c .

Для оценки доли высокоугловых границ в структуре проводили EBSD-анализ. Выявлен подобный характер структуры для изученных схем ИПД (рис. 6, 7). Следует отметить наличие остатков исходных деформированных зерен с субзеренной структурой внутри, что снижает долю высокоугловых границ в структуре. Наибольшее количество таких участков наблюдали после АПС, наименьшее – после РКУП (рис. 6, *б, г*). Это свидетельствует о том, что наиболее однородная структура образуется после РКУП. Сохранение участков исходных зерен после столь значительной деформации означает,

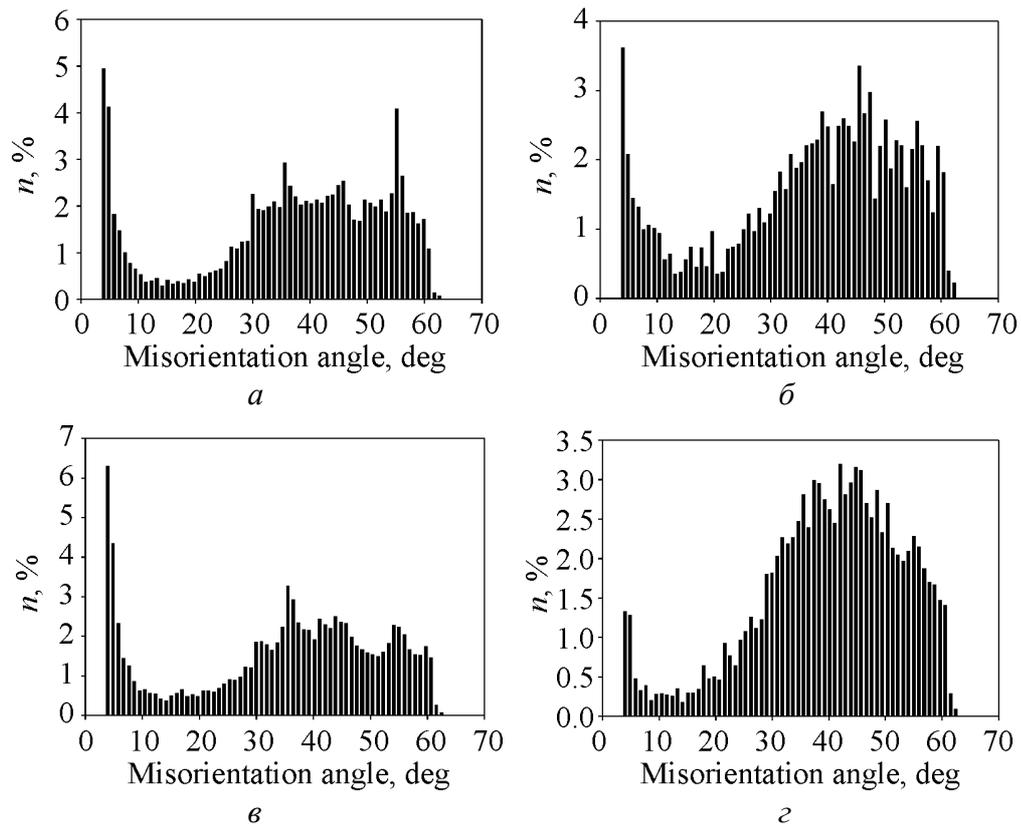


Рис. 7. Распределение углов разориентации структурных элементов бескислородной меди после различных способов ИПД (EBSD-анализ): *a* – МД, $\varepsilon = 50$; *b* – АПС, $\varepsilon = 8$; *v* – ВП, $\varepsilon = 14$; *z* – РКУП, $\varepsilon = 29$

по-видимому, неоднородность деформации. Следует учесть, что значения степеней деформации, при которых мы сравниваем структуры, максимальны для данного способа ИПД, но различаются между собой, хотя и соответствуют установившейся стадии значений микротвердости и прочностных свойств. Количественная оценка доли высокоугловых границ в структуре при EBSD-анализе выявила максимальную (94%) долю после РКУП по маршруту B_c , минимальную (75%) – после ВП (табл. 2, рис. 7,в,з).

Таблица 2

Разориентировка между структурными элементами в меди после различных способов ИПД (EBSD анализ)

Способ ИПД	Доля границ, %	
	малоугловых	большееугловых
МД, $\varepsilon = 40$	17	83
АПС, $\varepsilon = 8$	14	86
РКУП, $\varepsilon = 29$	6	94
ВП, $\varepsilon = 14$	25	75

Рентгеноструктурный анализ не позволил выявить размеры структурных элементов по оценкам областей когерентного рассеяния, так как это возможно

только, когда размеры структурных элементов меньше, чем 100–150 nm. Но были определены микродеформации, характеризующие плотность дефектов, особенно дислокаций. Значения микродеформаций максимальны после АПС и минимальны после МД (табл. 3), что соответствует результатам ЭМ-анализа: минимальная плотность свободных дислокаций была обнаружена после МД, максимальная – после АПС (см. рис. 4). Возможно, этим и определяется пластичность после изученных способов ИПД: минимальное удлинение – после АПС, а максимальное – после МД (см. рис. 1,б).

Таблица 3

Параметры решетки и тонкого кристаллического строения меди после различных способов ИПД

Способ ИПД	ϵ	Параметры решетки, Å (± 0.001)	Микродеформация ϵ , % (± 0.02)	Текстура		
				001	011	111
АПС	8	3.614	0.21	+	+	–
МД	20	3.614	0.11	+	–	–
	40	3.614	0.10	–	–	+
РКУП	18	3.615	0.14	–	–	–
	29	3.614	0.13	–	–	–
ВП	8	3.614	0.12	–	–	–
	14	3.614	0.11	–	–	–

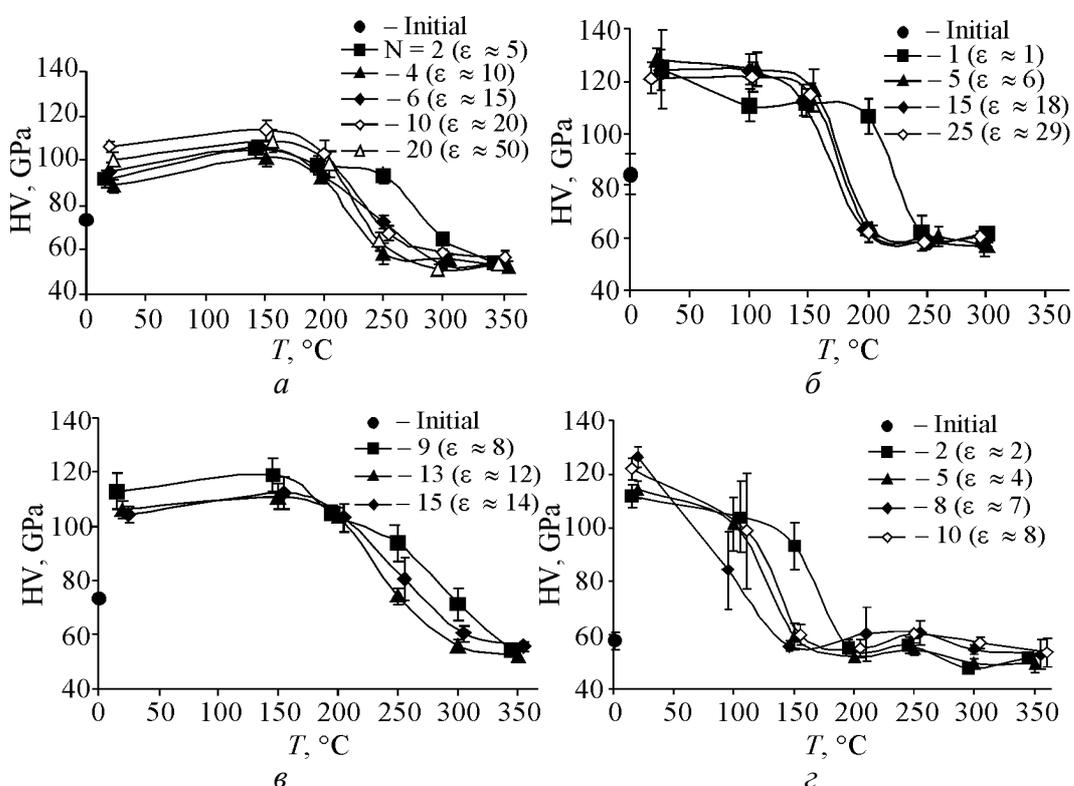


Рис. 8. Зависимость микротвердости бескислородной меди после различных способов ИПД с различными степенями деформации от температуры нагрева: а – МД; б – РКУП (маршрут B_c); в – ВП; з – АПС

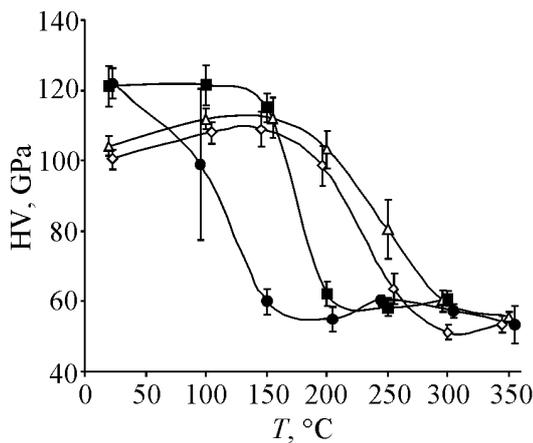


Рис. 9. Зависимость микротвердости бескислородной меди от температуры нагрева после различных способов ИПД с максимальной степенью деформации: $-\Delta-$ – ВП, $N = 15$ ($\epsilon \approx 14$); $-\bullet-$ – АПС, $N = 10$ ($\epsilon \approx 8$); $-\diamond-$ – МД, $N = 20$ ($\epsilon \approx 50$); $-\blacksquare-$ – РКУП, $N = 25$ ($\epsilon \approx 29$)

Структура, сформированная в ходе ИПД при комнатной температуре, определяет поведение меди при последующем нагреве. На рис. 8 показаны зависимости микротвердости меди от температуры нагрева для различных степеней деформации при различных способах ИПД. Видно, что максимальная термическая устойчивость соответствует минимальной степени деформации для каждого метода ИПД. Это означает, что несовершенная структура, соответствующая минимальной степени деформации, совершенствуется и становится зеренной в ходе нагрева, в то время как в остальных случаях имеет место рост зерен в преимущественно зеренной структуре, сформированной в ходе деформации.

Если сравнивать структурные состояния, полученные при максимальных степенях деформации при различных ИПД, то максимальная термическая стабильность соответствует ВП, а минимальная – АПС (рис. 9).

4. Выводы

1. Структура и свойства бескислородной меди после исследованных способов ИПД (РКУП, МД, ВП, АПС) в изученных условиях достаточно близки. ИПД формирует субмикроструктуру с размером зерна 200–250 нм и преимущественно высокоугловыми (75–94%) границами.

2. Наилучшее сочетание прочностных и пластических характеристик в меди ($\sigma_B = 460$ МПа, $\delta \approx 18\%$) было достигнуто после МД.

3. После РКУП формируется наиболее однородная субмикроструктурная структура.

4. Термическая стабильность упрочнения при нагреве субмикроструктурной меди, полученной различными способами ИПД, возрастает в ряду: АПС–РКУП–МД–ВП.

Работа была частично (исследование АПС) поддержана грантом РФФИ 06-08-00494.

1. *Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation*, T.C. Lowe, R.Z. Valiev (Eds), Kluwer Academic Publishing, Dordrecht, The Netherlands (2000).
2. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).

3. В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов, Д.А. Павлик, В.Ф. Малышев, Процессы пластического структурообразования металлов, Наука и техника, Минск (1994).
4. Г.А. Салищев, О.Р. Валиахметов, Р.М. Галеев, С.П. Малышева, Металлы № 4, 86 (1996).
5. Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин, С.Г. Сынков, А.Н. Сапронов, В.Г. Сынков, ФТВД 9, № 3, 109 (1999).
6. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, Acta Mater. 47, 579 (1999).
7. M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A257, 328 (1998).
8. S.V. Dobatkin, J.A. Szpunar, A.P. Zhilyaev, A.A. Kuznetsov, in: Ultrafine Grained Materials IV, Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L. Semiatin, T.C. Low (Eds), TMS (The Minerals, Metals and Materials Society) (2006).
9. R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, JMR 17, 5 (2002).
10. A. Vinogradov, T. Suzuki, S. Hashimoto, K. Kitagawa, A. Kuznetsov, S. Dobatkin, Mater. Sci. Forum 503–504, 971 (2006).
11. R.Z. Valiev, Nature Materials 3, 511 (2004).
12. Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E. Ma, Nature 419, 912 (2002).

S.V. Dobatkin, G.A. Salischev, A.A. Kuznetsov, A.V. Reshetov, A.S. Synkov, T.N. Kon'kova

COMPARATIVE ANALYSIS OF STRUCTURE AND PROPERTIES OF OXYGEN-FREE COPPER PAST DIFFERENT SEVERE PLASTIC DEFORMATION SCHEMES

The structure and properties of oxygen-free copper (99.98%) were studied after different schemes of severe plastic deformation (SPD): equal-channel angular pressing (ECAP), multiaxial deformation (MD), twist extrusion (TE), and accumulative roll bonding (ARB) as a function of the strain at room temperature (to a true strain of 30–50). The SPD causes the formation of submicrocrystalline structure with a grain size of 200–250 nm and predominantly high angle boundaries (75–94%). ECAP leads to the formation of the most uniform structure. The strength characteristics increase with increasing the strain and reach the steady stage at $\varepsilon \approx 5$. At the steady stage, $\sigma_B = 460\text{--}480$ MPa at ARB, MD, and TE, while at ECAP $\sigma_B = 430\text{--}440$ MPa. The smallest «steady» values of $\delta = 4\text{--}5\%$ were obtained in the case of ARB, and the maximum $\delta = 18\%$ was obtained at MD and ECAP.

Fig. 1. Mechanical properties $\sigma_{0.2}$ (a), δ (b), ψ (c) of oxygen-free copper after ECAP by the routes A (—●—), B_c (—■—) and C (—▲—) as function of strain (number of passes N)

Fig. 2. Mechanical properties σ_B (a), δ (b) of oxygen-free copper after different schemes of SPD as function of true strain: —●— — ARB, —◇— — MD, —Δ— — TE, —■— — ECAP (route B_c)

Fig. 3. Structure of oxygen-free copper after ECAP at 20°C by the route B_c as function of strain (number of passes N) (TEM analysis): a — N = 1, b — 3, c — 10, d — 25

Fig. 4. Structure of oxygen-free copper after different schemes of SPD (TEM analysis): MD (a — $\varepsilon = 5$, b — 50); ARB (c — $\varepsilon = 1.6$, d — 8) and TE (e — $\varepsilon = 8.4$, f — 14)

Fig. 5. Sizes of structural elements of oxygen-free copper after SPD as a function of the true strain at room temperature after different schemes of SPD: \square – MD, \blacktriangle – TE, \blacklozenge – ECAP, \blacksquare – ARB

Fig. 6. Structure of oxygen-free copper after different schemes of SPD (EBSD-analysis): a – MD, $\varepsilon = 50$; \bar{b} – ARB, $\varepsilon = 8$; \bar{c} – TE, $\varepsilon = 14$; \bar{z} – ECAP, $\varepsilon = 29$

Fig. 7. Misorientation angle distribution of structural elements of oxygen-free copper after different schemes of SPD (EBSD-analysis): a – MD, $\varepsilon = 50$; \bar{b} – ARB, $\varepsilon = 8$; \bar{c} – TE, $\varepsilon = 14$; \bar{z} – ECAP, $\varepsilon = 29$

Fig. 8. The dependence of microhardness of oxygen-free copper on heating temperature after different schemes of SPD with different strain: a – MD; \bar{b} – ECAP (route B_c); \bar{c} – TE; \bar{z} – ARB

Fig. 9. The dependence of microhardness of oxygen-free copper on heating temperature after different schemes of SPD with maximal strain: $-\Delta-$ – TE, $N = 15$ ($\varepsilon \approx 14$); $-\bullet-$ – ARB, $N = 10$ ($\varepsilon \approx 8$); $-\diamond-$ – MD, $N = 20$ ($\varepsilon \approx 50$); $-\blacksquare-$ – ECAP, $N = 25$ ($\varepsilon \approx 29$)³