

PACS: 83.50.Uv, 81.40.-z

О.В. Прокофьева<sup>1</sup>, Д.В. Прилепо<sup>1</sup>, Г.Д. Бокучава<sup>2</sup>, А.Х. Исламов<sup>2</sup>,  
А.Н. Сапронов<sup>1</sup>, А.С. Дорошкевич<sup>2</sup>

## ФОРМИРОВАНИЕ В МЕТАЛЛАХ ВНУТРЕННЕЙ АРХИТЕКТУРЫ С СУБМИКРО- И КРУПНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИМИ КОМПОНЕНТАМИ МЕТОДОМ ВИНТОВОЙ ЭКСТРУЗИИ

<sup>1</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

<sup>2</sup>Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна,  
Московская область, Россия

Статья поступила в редакцию 11 декабря 2017 года

*Методом винтовой экструзии (ВЭ) показана возможность формирования в металлических материалах внутренней архитектуры типа оболочка–сердечник, сочетающей в себе области с крупнокристаллической (КК) и субмикрокристаллической (СМК) структурами. Теоретическое обоснование такой возможности базируется на феноменологической континуальной RVA-модели (Refinement versus Voids Accutulation), а экспериментально она проиллюстрирована на заготовках из медного сплава марки М1 с шестигранной формой поперечного сечения.*

**Ключевые слова:** интенсивные пластические деформации, винтовая экструзия, субмикрокристаллическая структура, архитектурный материал, гибрид, нейтронография

### Введение

Традиционно процессы, относящиеся к классу интенсивных пластических деформаций [1], были нацелены на формирование в материале однородных по объему субмикро- или нанокристаллических структур. Однако в последние годы актуальность приобрело направление исследований, связанное с формированием на базе СМК-структур гибридных или архитектурных материалов, обладающих усовершенствованными функциональными свойствами в сравнении с монокомпонентными аналогами. Понятие гибридности предполагает наличие в материале двух и более составляющих, комбинация которых и обеспечивает ему приобретение новых свойств, не присущих ни одному из компонентов в отдельности [2,3]. При этом особую роль приобретает геометрия взаимного расположения составляющих, изменяя которую можно регулировать свойства гибрида. Если речь идет о материале однородного химического состава, в структуре которого создается комбинация разных фаз или структурных состояний, такой материал относится к архитектурным.

Предшествующими исследованиями показаны хорошие перспективы для металлических материалов, комбинирующих области с СМК- и КК-структурами в пределах одной заготовки. В частности, обладая всеми преимуществами объемных СМК-металлов (сочетание высокого предела текучести с приемлемой пластичностью), такие архитектурные материалы приобретают более высокие значения равномерного удлинения до образования шейки при растяжении (см., напр., [4]). Это повышает устойчивость материала к перегрузкам в случае использования его в конструкциях ответственного назначения, поскольку малое равномерное удлинение – один из недостатков однородных СМК-материалов, снижающий их конкурентоспособность.

Внутренняя СМК–КК-архитектура может быть сформирована в металлах с помощью процессов интенсивной пластической деформации. В данной работе продемонстрирована возможность получения методом ВЭ коаксиальной двухкомпонентной структуры с СМК-оболочкой и КК-сердцевинной. Такой архитектурный материал сможет найти применение в любой области промышленности, где востребованы изделия стержневого типа и критичным является снижение веса без потери в прочностных свойствах элемента конструкции. Например, изготовление рулевой тяги транспортных средств (автомобилей, самолетов) из архитектурного титанового сплава позволит уменьшить вес всей конструкции, что, в свою очередь, будет способствовать снижению выброса CO<sub>2</sub>. Также материал может использоваться в виде пластин, нарезанных из получаемого стержня, либо найдет применение только СМК-составляющая заготовки, тогда как остальная ее часть будет служить расходуемой технологической оснасткой, возобновляемой путем переплава.

### **Принцип формирования методом ВЭ материала с внутренней архитектурой**

Идея предлагаемого метода получения СМК–КК-архитектур в материале основана на эффекте снижения интенсивности фрагментации металлов при циклической деформации [5–8]. Этот эффект связан с тем, что при реверсировании деформации происходит разрядка дислокационных скоплений, приводящих к образованию высокоугловых границ. Измельчение зерен при деформации обратного знака начинается лишь после формирования новых дислокационных зарядов достаточной величины. Поэтому реверсирование приводит к «люфтам» по деформации, снижающим ее эффективность в плане фрагментации. Если амплитуда деформации не достаточна для формирования необходимых дислокационных зарядов за половину цикла нагружения, то высокоугловые границы не образуются. Следовательно, при циклической деформации фрагментация имеет порог по амплитуде [9].

При ВЭ деформация циклическая, с амплитудой, убывающей от периферии образца к его оси [10,11]. Если максимальное значение амплитуды больше порога, а минимальное – меньше, то фрагментация будет происходить, лишь начиная с определенного удаления от оси образца. Это позволяет соз-

дать СМК-структуру во внешнем слое образца, сохранив крупные зерна в его приосевой зоне. Многопроходная обработка ВЭ в таком случае будет приводить лишь к дальнейшему измельчению внешних слоев заготовки без изменения КК-состояния центральной зоны. Необходимые для этого параметры ВЭ можно определить на основе математического моделирования процесса.

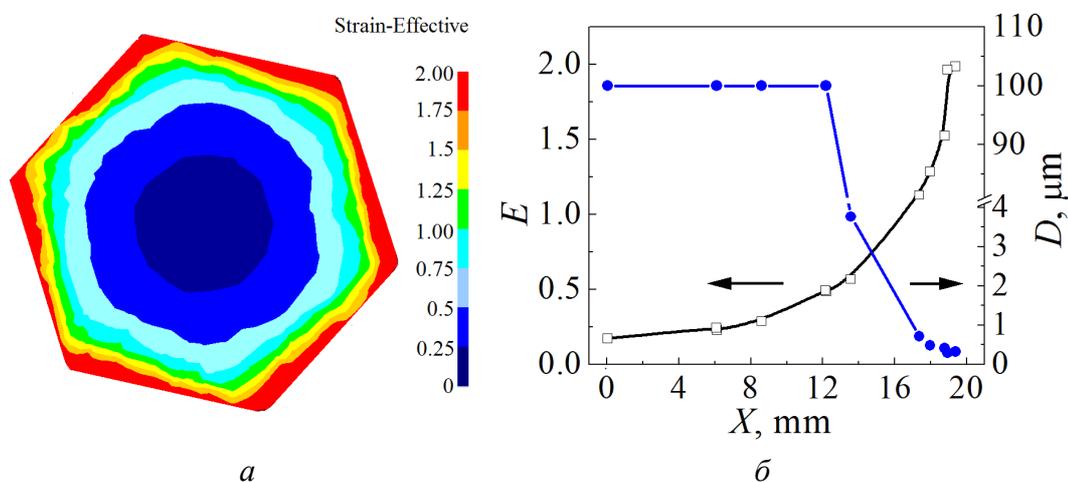
Для прогнозирования структуры и свойств металлов при больших деформациях может быть использована, в частности, феноменологическая континуальная RVA-модель, развитая в работе [7]. Она позволяет рассчитать такие важные показатели структуры, как характерный размер зерен и микропористость (поврежденность) металла, определяющие его механические характеристики. В работе [12] RVA-модель была применена для расчета процесса ВЭ, а в [9] она была скорректирована путем внесения поправки, учитывающей пороговый характер фрагментации. В этой же работе адекватность RVA-модели была проверена при расчете матрицы, для которой в [13] получены экспериментальные данные. На качественном уровне предложенное модельное описание согласуется с результатами эксперимента, согласно которому после 7 проходов ВЭ через матрицу с углом ската винтовой линии  $36^\circ$  в большей части сечения образца оставалась КК-структура. В то же время согласно предшествующим экспериментам на матрицах с углами ската  $50\text{--}60^\circ$  после 3–5 проходов формировалась достаточно однородная СМК-структура во всем объеме образца (напр., [14,15]).

### Получение методом ВЭ шестигранника со структурой СМК-оболочка–КК-сердечник

Указанный принцип получения материала с внутренней архитектурой СМК-оболочка–КК-приосевая зона был реализован на заготовках с сечением в форме правильного шестигранника, прошедших деформационную обработку методом ВЭ. Такое сечение выбирали из принципа наибольшей симметрии среди широко используемых в промышленности профилей. Близость к форме круга в данном случае необходима для снижения деформации, накапливаемой за один проход ВЭ по сечению заготовки. Следствием этого будет снижение амплитуды деформации в центральной зоне заготовки ниже порогового значения. Второй параметр, необходимый для формирования в сечении СМК- и КК-зон, – это малый угол ската винтовой линии, не превышающий  $40^\circ$  согласно данным [9,13].

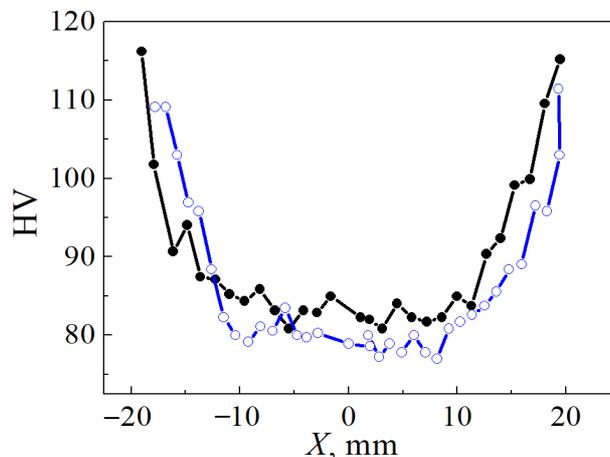
Расчет деформированного состояния металла при ВЭ через шестигранную матрицу выполнен методом конечных элементов (МКЭ) в программном комплексе Deform 3D с использованием модели Мизеса без учета деформационного упрочнения (рис. 1,а). На основе полученного в расчете распределения деформаций и при помощи скорректированной RVA-модели определен средний размер зерна в каждой точке сечения образца. Параметры RVA-модели приняты теми же, что и в работе [12]. На рис. 1,б сопоставлены данные МКЭ-расчета деформации  $E$  с размером зерна  $D$ , рассчитанным по RVA-мо-

дели. Видно, что в центральной зоне заготовки вплоть до середины радиуса сохраняется исходный средний размер зерна в  $100\ \mu\text{m}$ , а формирование СМК-структуры прогнозируется во внешних слоях заготовки толщиной в несколько миллиметров. Численная оценка площади центральной КК-зоны показала, что она составляет не менее 60% площади шестигранного сечения заготовки. При этом на СМК-оболочку приходится лишь  $\sim 10\%$ , тогда как остальная область сечения представляет собой градиентный переходный слой.



**Рис. 1.** Результаты математического моделирования характеристик материала в поперечном сечении заготовки после 1 прохода ВЭ: *a* – распределение накопленной деформации (Мизеса) по сечению, *б* – изменение накопленной деформации  $E$  и размера зерна  $D$  вдоль радиуса заготовки

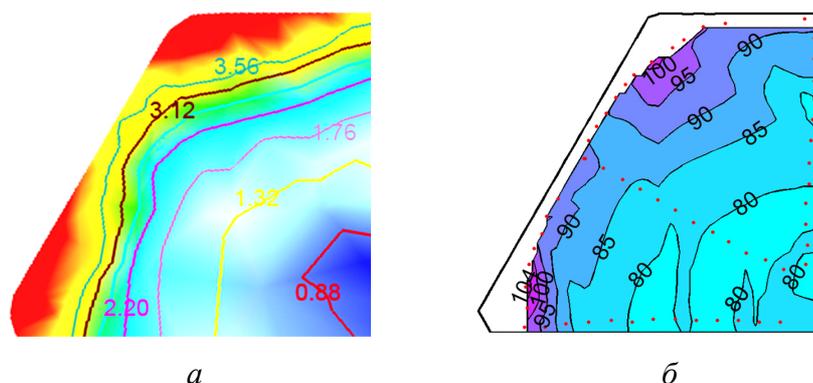
Математическим моделированием показано, что положение границы СМК–КК можно изменять для одной и той же формы профиля, варьируя угол ската винтового канала матрицы. С его увеличением СМК–КК-граница сдвигается к оси заготовки, и соответственно доля КК-сердечника в объеме заготовки уменьшается вплоть до полного исчезновения.



**Рис. 2.** Зависимость твердости по Виккерсу от координаты вдоль диаметра сечения шестигранной заготовки:  $\circ$  – 1 проход ВЭ,  $\bullet$  – 4 прохода ВЭ

Экспериментальную проверку модельных расчетов проводили на заготовках из медного сплава М1 шестигранного сечения с внешним диаметром 40 mm и длиной 80 mm. Деформационную обработку методом ВЭ осуществляли как при комнатной температуре, так и в условиях подогрева через винтовую матрицу с углом ската винтовой линии 40°.

Оценку распределения прочностных свойств по сечению деформированных заготовок проводили путем измерения твердости по Виккерсу вдоль диаметра шестигранной заготовки (рис. 2). Кривые демонстрируют снижение HV от поверхности к сердцевине заготовки с резким перепадом от максимума в приповерхностных слоях к минимуму в центральной зоне сечения, что согласуется с модельными представлениями. При этом сравнение твердости заготовок, полученных за 1 и 4 прохода ВЭ, позволило подтвердить упомянутый выше эффект сохранения при многопроходной обработке внутренней архитектуры, сформированной на 1-м проходе. Для более наглядного сопоставления расчетных данных с экспериментальными на рис. 3 представлены распределение по сечению накопленной деформации Мизеса и распределение HV, построенное на основе серии измерений (пользуясь симметрией сечения, данные приводим на четвертях шестигранника). Хорошо заметно, что распределения на обеих картинах близки по характеру – максимальные значения как деформации, так и твердости сосредоточены преимущественно в углах шестигранника.



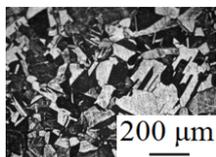
**Рис. 3.** Распределения по сечению шестигранной заготовки, подвергнутой 4 проходам ВЭ: *a* – накопленной деформации, полученной МКЭ-расчетом, *б* – твердости по Виккерсу (точками отмечены места замеров)

Также посредством измерений твердости установлено, что более выраженная внутренняя архитектура в заготовке формируется при отсутствии подогрева в процессе обработки ВЭ. В этом случае разница между минимальным и максимальным значениями твердости составляет ~ 30 HV.

Результаты по твердости находятся в согласии с данными оптической микроскопии поперечного сечения архитектурной заготовки. На рис. 4,*a* для наглядности представлен панорамный снимок микроструктуры образца в направлении от края сечения к его центру. В приведенном масштабе хорошо



*a*

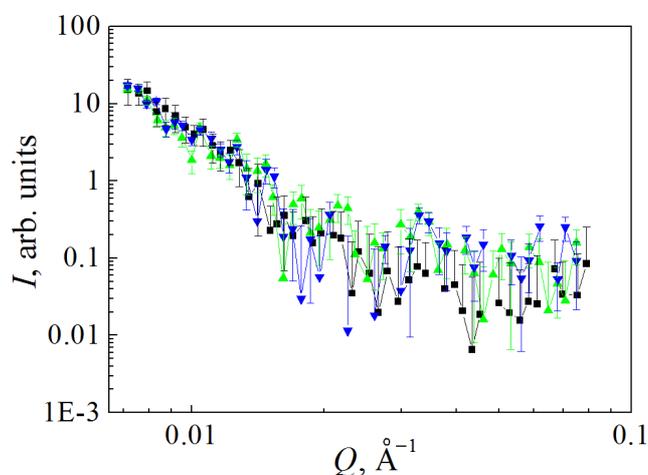


*б*

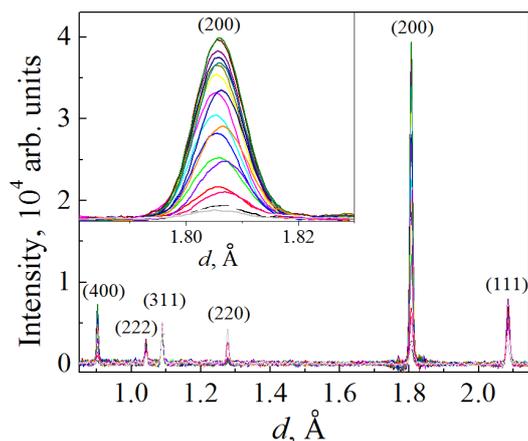
**Рис. 4.** Микроструктура поперечного сечения заготовки, деформированной в 4 прохода ВЭ: *a* – панорамный снимок 5 mm по диаметру шестигранника в направлении от края к центру сечения (слева направо), *б* – центр сечения

заметен переход от мелкозернистой структуры в приповерхностной области (слева) к более крупному зерну уже на расстоянии 5 mm от края сечения (справа). Для сравнения на рис. 4,*б* показана центральная зона сечения в том же масштабе. На качественном уровне можно утверждать, что микроструктура в области, удаленной примерно на 5 mm от поверхности заготовки, практически не отличается от микроструктуры центральной зоны сечения.

Для получения более детальной информации о внутренней структуре архитектурного материала проведен ряд нейтронографических экспериментов на исследовательском импульсном реакторе на быстрых нейтронах ИБР-2 в Лаборатории нейтронной физики им. Франка Объединенного института ядерных исследований (г. Дубна, РФ). В частности, с помощью метода малоуглового рассеяния нейтронов, который позволяет получать информацию о характерном размере и распределении структурных неоднородностей на наноуровне в объеме материала [16,17], измерены образцы, вырезанные из центральной и приповерхностной областей сечения заготовки после 4 проходов ВЭ, а также образец исходного недеформированного материала (рис. 5).



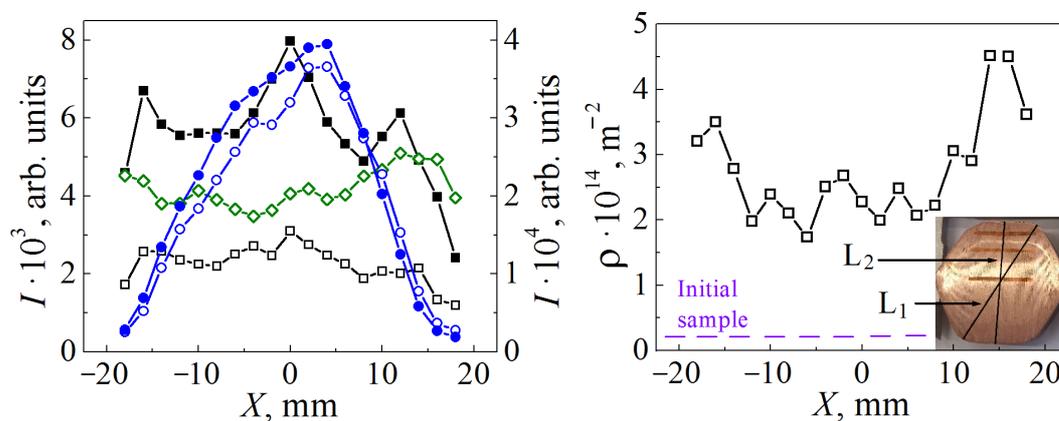
**Рис. 5.** Зависимость дифференциального сечения нейтронного рассеяния от вектора рассеяния  $Q$  для исходного материала (■) и участков деформированной заготовки – центра (▼) и края (▲) сечения



**Рис. 6.** Дифракционные спектры, измеренные при различных значениях координаты  $X$  вдоль диаметра образца (скан по линии  $L_1$ ). На вставке показано изменение положения и амплитуды пика (200) в зависимости от координаты  $X$

Анализ полученных кривых позволил сделать вывод об отсутствии неоднородностей (микропор, трещин) на масштабах 2–100 nm для всех рассмотренных образцов при незначительном выделении примесей в виде преципитатов со средним размером  $\sim 20$  nm.

С целью оценки особенностей микроструктуры, механических остаточных напряжений, а также кристаллографической текстуры получаемого материала на нейтронном фурье-стресс-дифрактометре [18,19] исследован образец, вырезанный из заготовки после 4 проходов ВЭ. С помощью сканирования небольшим рассеивающим объемом  $2 \times 2 \times 7$  mm вдоль диаметра образца измерены дифракционные спектры (рис. 6) при различных значениях координаты  $X$  (сканы по линиям  $L_1$  и  $L_2$  см. на вставке рис. 8). Анализ интен-



**Рис. 7.** Зависимость амплитуды различных пиков ( $hkl$ ) от координаты  $X$  вдоль диаметра образца (скан по линии  $L_1$ ). Значения амплитуды для пика (200) приведены на правой шкале ординат, для всех остальных пиков – на левой шкале:  $\blacksquare$  – (111),  $\square$  – (222),  $\bullet$  – (200),  $\circ$  – (400),  $\diamond$  – (311)

**Рис. 8.** Зависимость плотности дислокаций в образце от координаты  $X$  (скан по линии  $L_1$ ). На вставке – сечение измеряемого образца с указанием линий замеров  $L_1$  и  $L_2$

сивностей дифракционных пиков, проведенный по полученным спектрам, выявил наличие сильной аксиальной текстуры в образце (рис. 7). В центре образца ( $X = 0$ ) текстура наиболее сильная, что видно по изменению интенсивностей пиков (200) и (400) в зависимости от координаты.

Изучение величины и характера распределения остаточных напряжений в сечении позволило заключить, что уровень их невысок (не превышает условного предела текучести материала, равного в исходном состоянии 250 МПа) при слабо выраженном градиенте остаточных напряжений. Также из уширений дифракционных пиков получены оценки плотности дислокаций в исследуемом материале (рис. 8). Выявленный при этом градиент плотности дислокаций в направлении от центра к краю сечения подтверждает наличие сформированной в заготовке внутренней архитектуры.

### Выводы

На примере медного сплава М1 показана возможность формирования методом ВЭ архитектурного материала, сочетающего в себе СМК-оболочку и КК-сердечник.

Посредством измерений твердости установлено, что более выраженная внутренняя архитектура в заготовке формируется при отсутствии подогрева в процессе обработки ВЭ. В этом случае разница между минимальным и максимальным значениями твердости составляет  $\sim 30$  НВ. Результаты по твердости находятся в согласии с данными оптической микроскопии поперечного сечения архитектурной заготовки.

Характер распределения остаточных напряжений в сечении указывает на то, что уровень их невысок (не превышает условного предела текучести материала). Выявленный градиент плотности дислокаций в направлении от центра к краю сечения подтверждает наличие сформированной в заготовке внутренней архитектуры. Результаты исследования структуры и прочностных свойств полученного материала находятся в хорошем согласии с данными математического моделирования.

Авторы выражают благодарность д.т.н. Я.Е. Бейгельзимеру за ценные консультации и к.т.н. Р.Ю. Кулагину за помощь в проведении расчетов методом конечных элементов.

1. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Объемные наноструктурные металлические материалы. Получение, структура и свойства, Академкнига, Москва (2007).
2. *M.F. Ashby*, Materials Selection in Mechanical Design, Butterworth-Heinemann, Oxford (2010).
3. *M. Ashby*, Scr. Mater. **68**, 4 (2013).
4. *Y.L. Wang, A. Molotnikov, M. Diez, R. Lapovok, H.-E. Kim, J.T. Wang, Y. Estrin*, Mater. Sci. Eng. **A639**, 165 (2015).
5. *D. Orlov, Y. Todaka, M. Umemoto, N. Tsuji*, Mater. Sci. Eng. **A499**, 427 (2009).

6. *H. Petryk, S. Stupkiewicz*, Mater. Sci. Eng. **A444**, 214 (2007).
7. *Y. Beygelzimer*, Mech. Mater. **37**, 753 (2005).
8. *О.В. Прокофьева, Ю.В. Возняк, Д.В. Прилепо*, ФТВД **23**, № 1, 116 (2013).
9. *О.В. Прокофьева, Я.Е. Бейгельзимер, Р.Ю. Кулагин, Ю.З. Эстрин, В.Н. Варюхин*, Металлы № 2, 76 (2017).
10. *Y. Beygelzimer, A. Reshetov, S. Synkov, O. Prokof'eva, R. Kulagin*, J. Mater. Process. Tech. **209**, 3650 (2009).
11. *Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, R. Kulagin, D. Orlov*, ФТВД **25**, № 3–4, 8 (2015).
12. *Я.Е. Бейгельзимер, О.В. Прокофьева, В.Н. Варюхин*, Металлы № 1, 30 (2006).
13. *M. Latypov, E.Y. Yoon, D.J. Lee, R. Kulagin, Y. Beygelzimer, M.S. Salehi, H.S. Kim*, Metallurg. Mater. Trans. **A45**, 2232 (2014).
14. *Y. Beygelzimer, D. Orlov, A. Korshunov, S. Synkov, V. Varyukhin, I. Vedernikova, A. Reshetov, A. Synkov, L. Polyakov, I. Korotchenkova*, Solid State Phenom. **114**, 69 (2006).
15. *A. Reshetov, A. Korshunov, A. Smolyakov, Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, I. Kaganova, A. Morozov*, Mater. Sci. Forum. **667**, 851 (2011).
16. *P. Donnadieu, E. Carsughi, A. Redjaimia, C. Diot, G. Lapasset*, J. Appl. Cryst. **31**, 212 (1998).
17. *R. Lapovok, D. Tomus, J. Mang, Y. Estrin, T.C. Lowe*, Acta Mater. **57**, 2909 (2009).
18. *G.D. Bokuchava, V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, E.S. Kuzmin, V.V. Zhuravlev, A.P. Bulkin, V.A. Kudryashev, V.A. Trounov*, Appl. Phys. **A74** [Suppl1], s86 (2002).
19. *Г.Д. Бокучава, П. Петров, И.В. Панушкин*, Поверхность № 11, 22 (2016).

*O.V. Prokof'eva, D.V. Prilepo, G.D. Bokuchava, A.Kh. Islamov, A.N. Sapronov, A.S. Doroshkevich*

## FORMATION OF THE INNER ARCHITECTURE WITH ULTRAFINE- AND COARSE-GRAINED COMPONENTS IN METALS BY TWIST EXTRUSION

An ability of twist extrusion (TE) to form in metals an inner architecture of the shell-core type that combines the areas of coarse-grained and ultrafine-grained structures is demonstrated. Theoretical substantiation of the ability is based on a phenomenological continual RVA-model (Refinement versus Voids Accumulation). Experimental illustration is performed using the billets of copper alloy characterized by hexagonal cross-section.

**Keywords:** severe plastic deformation, twist extrusion, ultrafine-grained structure, architected material, hybrid, neutron diffraction analysis

**Fig. 1.** Results of modeling the characteristics of material over the cross-section of the billet after 1 TE pass: *a* – accumulated strain (von-Mises) distribution over the cross-section, *b* – accumulated strain *E* and grain size *D* along the billet radius

**Fig. 2.** Vickers hardness vs the coordinate along the cross-section diameter of a hexagonal billet: ○ – 1 TE pass, ● – 4 TE passes

**Fig. 3.** Distributions over the cross-section of a hexagonal billet after 4 TE passes: *a* – accumulated strain calculated by the finite element method, *b* – Vickers hardness (the points mark the positions of measurements)

**Fig. 4.** Microstructure of the cross-section of the billet deformed by 4 TE passes: *a* – panoramic photo of 5 mm along the diameter of the hexagon directed from the edge to the center of the cross-section (from left to right), *b* – center of the cross-section

**Fig. 5.** Differential cross-section of neutron scattering vs scattering vector  $Q$  in the initial (■) and the deformed billet – the center (▼) and the edge of the cross-section (▲)

**Fig. 6.** Diffraction spectra measured at varied  $X$  coordinate along the diameter of the sample (scan along  $L_1$  line). The inset demonstrates  $X$  coordinate dependence of the position and the amplitude of (200) peak

**Fig. 7.**  $X$  coordinate dependence of different peaks ( $hkl$ ) along the diameter of the sample (scan along  $L_1$  line). The amplitude of peak (200) is marked on the right-side ordinate scale, the amplitudes of the rest of the peaks are marked on the left-side one: ■ – (111), □ – (222), ● – (200), ○ – (400), ◇ – (311)

**Fig. 8.**  $X$  coordinate dependence of the dislocation density (scan along  $L_1$  line). The inset: cross-section of the tested sample; the lines of measurements  $L_1$  and  $L_2$  are marked