ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.71:539.89

ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕДИ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ СОВМЕЩЕННОГО ПРОЦЕССА "ПРОКАТКА–РКУ-ПРЕССОВАНИЕ"

© 2020 г. С. Н. Лежнев^а, И. Е. Волокитина^{а, *}, Е. А. Панин^а, А. В. Волокитин^а

^а Рудненский индустриальный институт, ул. 50 лет Октября, 38, Рудный, 111500 Казахстан

*e-mail: irinka.vav@mail.ru Поступила в редакцию 14.02.2020 г. После доработки 20.02.2020 г. Принята к публикации 26.02.2020 г.

Исследовано влияние нового совмещенного процесса пластической деформации "прокатка-прессование" на структуру и механические свойства меди. Деформирование проводилось при комнатной температуре, количество циклов — 3. Показано, что "прокатка-прессование" приводит к существенному измельчению структуры технически чистой меди. Установлено, что прочность медных заготовок повышается после 3 проходов в 2 раза. Временное сопротивление разрыву и условный предел текучести увеличиваются с 235 до 482 МПа и с 198 до 405 МПа соответственно, относительное удлинение уменьшается на 8%, относительное сужение на 7%. Установлено, что ультрамелкозернистая структура со средним размером зерен 2 мкм устойчива к последующему нагреву вплоть до 150°С.

Ключевые слова: прессование, прокатка, механические свойства, микроструктура, медь **DOI:** 10.31857/S0015323020070050

введение

Создание новых конструкционных материалов с уникальными свойствами остается одной из актуальных задач современного материаловедения. На практике добиться улучшения свойств уже существующих конструкционных материалов возможно путем измельчения их структуры до ультрамелкозернистого состояния. На сегодняшний день существует несколько путей получения ультрамелкозернистой структуры, одним из которых является интенсивная пластическая деформация (ИПД).

Наиболее известным способом реализации ИПД в черных и цветных металлах является равноканальное угловое прессование [1]. Данный способ обеспечивает получение в металле ультрамелкозернистой структуры за 6-10 циклов прессования. При этом с целью сокращения необходимого количества циклов прессования, для получения металла с заданным размером зерна за последние десятилетие был разработан целый ряд матриц различной модификации [2-6], обеспечивающих реализацию данного способа деформирования. Но до сих пор этот способ так и не нашел применения в реальном промышленном секторе из-за невозможности обработки изделий относительно большой длины и невозможности обеспечивания непрерывности процесса прессования. Это определяет экономическую нецелесообразность внедрения данного способа в производства и делает актуальным исследование в области создания новых технологий получения длинномерных заготовок с ультрамелкозернистой структурой.

С целью снятия ограничений по длине поковок в последние годы проявляется тенденция разработки так называемых, "совмещенных" процессов обработки металлов давлением (ОМД), которые представляют собой сочетание двух и более различных способов деформирования [7–11]. Главной особенностью совмещенных процессов ОМД является то, что зачастую при их реализации снижаются, либо полностью устраняются недостатки обычных процессов ОМД, которые входят в совмещенный процесс.

Одним из таких процессов является процесс деформирования "прокатка – РКУ-прессование" с использованием ступенчатой матрицы и двух пар валков с гладкой бочкой [12] (рис. 1). Данный совмещенный процесс позволяет получать заготовки прямоугольного сечения с ультрамелкозернистой структурой и улучшенными механическими свойствами.

Суть предлагаемого способа деформирования заключается в следующем. Заготовка подается к прокатным валкам, которые за счет сил контактного трения захватывают ее в зев валков, а на вы-



Рис. 1. Схема совмещенного процесса "прокатка– РКУ-прессование": *1* – первая пара валков с гладкой бочкой; *2* – матрица; *3* – заготовка; *4* – вторая пара валков с гладкой бочкой.

ходе из валков проталкивают заготовку через каналы равноканальной ступенчатой матрицы. После того, как заготовка передним концом выходит из матрицы, она попадает в зев второй пары валков, которая вытягивает ее из матрицы. Преимущество предлагаемого способа деформирования заключается в том, что он обеспечивает непрерывность процесса и снимает-ограничения по размерам (по длине) исходных заготовок.

Совмещенный процесс был исследован теоретически с помощью компьютерного моделирования в программном комплексе DEFORM [13]. Было проведено исследование влияния совмещенного процесса "прокатка—PKУ-прессование" на микроструктуру и механические свойства алюминиевого сплава [15].

Целью работы является исследование влияния нового совмещенного процесса пластической деформации "прокатка—РКУ-прессование" на структуру и механические свойства меди и выявления преимущества предлагаемой технологии по сравнению с действующей технологией равноканального углового прессования в ступенчатой матрице.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Для выявления влияния предложенной технологии на микроструктуру и механические свойства меди были проведены лабораторные эксперименты. Деформирование заготовки осуществляли на установке, собранной на базе прокатного стана ДУО-250. Согласно разработанной концепции совмещенного процесса "прокатка—РКУ-прессование", заготовка при выходе из первой пары валков должна попадать в матрицу, а на выходе из нее захватываться второй парой валков.

В качестве материала для исследования была выбрана технически чистая медь марки М1, из которой были подготовлены заготовки с размерами: $15 \times 25 \times 450$ мм. Полученные образцы были подвергнуты отжигу при температуре 600° C [16].

Было решено провести три цикла деформирования при комнатной температуре, что обосновывалось ранее проведенными исследованиями по изучению данного процесса на алюминиевых образцах [15] и наличием трех комплектов равноканальной ступенчатой матрицы со следующими геометрическими параметрами: угол стыка каналов составлял 140 градусов, ширина канала была равна 40 мм, а высота каналов была 13, 8 и 6 мм. В процессе деформирования происходил разогрев образцов до 135–142°С. Схема деформирования по предлагаемой технологии была следующей:

— 1-й проход: заготовку высотой 15 мм прокатывали с уменьшением высоты на 3 мм в первой паре валков, проводили через матрицу с высотой канала 13 мм и далее прокатывали на 3 мм во второй паре валков;

— 2-й проход: заготовку высотой 10 мм прокатывали с уменьшением высоты на 3 мм в первой паре валков, проводили через матрицу с высотой канала 8 мм и далее прокатывали на 1 мм во второй паре валков;

— 3-й проход: заготовку высотой 7 мм прокатывали с уменьшением высоты на 2 мм в первой паре валков, проводили через матрицу с высотой канала 6 мм и далее прокатывали на 1 мм во второй паре валков.

Для выявления преимущества предлагаемой технологии по сравнению с действующей технологией равноканльного углового прессования в ступенчатой матрице было проведено три цикла деформирования при комнатной температуре заготовок из отожженной меди марки M1 с размерами 15 × 25 × 150 мм. В качестве деформирующего инструмента использовалась равноканальная ступенчатая матрица для первого прохода (с высотой канала 13 мм).

После каждого цикла деформирования, как по предлагаемой, так и действующей технологии подготавливали темплеты для изучения механических свойств и микроструктуры.

В рамках проведенных исследований для выявления влияния прокатки—РКУ-прессования на термическую стабильность меди исследована эволюция структуры деформированной меди при нагреве. Для этого из темплетов, полученных после трех циклов деформирования по схеме "прокатка—РКУ-прессование", вырезали в поперечном и продольном направлении пластинки толщиной 5 мм, которые затем нагревали при температурах в интервале 100—270°С с длительностью выдержки 30 мин. Охлаждение образцов (пластинок) проводили в воде. Микроструктура полученных образцов была изучена с использованием оптического и просвечивающего электронного микроскопов.



Рис. 2. Микроструктура меди М1 после 3-х циклов деформирования, а – исходная структура; б – после РКУП; в – после совмещенного процесса "прокатка–прессование".

Механические свойства на растяжение изучали в соответствии с ГОСТ 11701-84. Определение механических характеристик выполняли на крутильноразрывной машине INSTRON. Микротвердость по методу Викерса измерена на световом микроскопе Leica, оборудованном микротвердомером, при нагрузке 1 H.

При подготовке образцов для просвечивающей микроскопии использовали высокоточный отрезной станок AccuTom-5 фирмы Struers, на котором отрезали пластинки толщиной 0,3 мм. Затем специальным пробойником в них были выбиты диски диаметром 3 мм. Травление приготовленных дисков производилось в автоматическом режиме на электро-полировальной установке TenuPol фирмы Struers в фирменном электролите D2 – до появления отверстия в образце, после чего процесс автоматически останавливался. Отобранные образцы были исследованы на просвечивающем электронном микроскопе Jeol JEM-2100 под ускоряющим напряжением 300 кВ.

С целью более объективной интерпретации зеренной структуры совместно с ПЭМ проводили EBSD-анализ при помощи растрового электронного микроскопа (РЭМ) Philips XL-30 с полевым катодом. Ускоряющее напряжение 20 кВ. Для обработки результатов использовали программное обеспечение Tex SEM Lab. Разориентировку вычисляли между соседними (смежными) точками сканирования. Сканирование проводили на участках размером 50×50 мкм с шагом 0.2 мкм. Различные разориентации между зернами были установлены с использованием минимального разрешения разориентации 2°. Ввиду экспериментальной

погрешности EBSD-метода все малоугловые границы с разориентировкой меньше 2° были исключены из рассмотрения. Все отсканированные опорные точки с индексом достоверности ~ 0.1 были исключены из наборов данных для улучшения общей точности изображений.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты исследования микроструктуры меди марки М1, до и после деформирования по предложенным технологиям представлены на рис. 2.

Результаты механических испытаний представлены в табл. 1. Прочностные характеристики меди представлены значениями предела текучести $\sigma_{\rm T}$, временного сопротивления разрушению (предел прочности) $\sigma_{\rm B}$ и микротвердостью; пластические характеристики представлены значениями относительного сужения и удлинения образцов до разрушения.

Структура меди после деформации по схеме "прокатка—РКУ-прессование" и нагрева до температур от 100 до 270°С представлена на рис. 3.

По результатам механических испытаний была построена графическая зависимость предела текучести меди, деформированной методом РКУП и по схеме "прокатка—РКУ-прессование" (рис. 4). Представленные на рис. 4 уравнения отражают зависимость предела текучести (y) от обратного корня квадратного размера зерна (x) и получены путем построения линии тренда в MS Excel, которая является аппроксимацией полученных экспериментальных данных линейной функцией по методу наименьших квадратов. Коэффициент

Таблица 1. Результаты механических испытаний образцов

Обработка	σ _в , МПа	σ _т , МПа	δ ₅ , %	ψ ₅ , %	H_{10}
Отжиг	235	198	25	57	204
РКУП	465	386	14	37	962
Прокатка-РКУ-прессование	482	405	17	50	1090

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ том 121 № 7 2020



Рис. 3. Микроструктура меди М1 после деформации по схеме "прокатка–РКУ-прессование" и нагрева: $a - 150^{\circ}$ С; $6 - 200^{\circ}$ С; $B - 270^{\circ}$ С.

детерминации R^2 отражает степень соответствия полученных значений выведенным уравнениям. Т.е. данные уравнения позволяют рассчитывать предел текучести по размеру зерна для РКУП и совмещенного процесса с точностью 92.5 и 84%.

ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

При металлографическом анализе медных заготовок было выявлено, что в исходном отожженном состоянии медь имеет крупнозернистую структуру с наличием двойников и средним размером зерна 90 мкм (рис. 2а).

После первого цикла деформирования размер зерна уменьшается до 40 мкм после РКУП и до 35 мкм после совмещенного процесса "прокатка-прессование". После второго цикла деформации размер зерна меди уменьшается до 20 мкм после РКУП и 14 мкм после совмещенного процесса.

После третьего цикла размер зерна уменьшается до 5 мкм после РКУП (рис. 26) и 2 мкм после совмещенного процесса (рис. 2в). В структуре наблюдается значительное увеличение доли большеугловых границ от ~27% в исходном состоянии до ~52% после РКУП и 65% после "прокатки–



Рис. 4. Зависимость предела текучести меди, деформированной РКУП (+) и по схеме "прокатка–РКУпрессование" (×).

РКУ-прессования", за счет более активного протекания процесса динамической рекристаллизации. Это связано с тем, что с уменьшением размера зерна температура начала рекристаллизации снижается [17]. Границы зерен становятся более четкими. В пролольном сечении заготовки зерна имеют вытянутую форму, что является следствием двух этапов прокатки в каждом проходе. На рис. 26 видно, что деформация РКУП привела к образованию однородной по типу структуры, в отличие от "прокатки-РКУ-прессования" (рис. 2в), в структуре присутствуют дислокационные ячейки, субзерна и рекристаллизованные зерна, средний размер элементов структуры составляет 3-4 мкм. Присутствие двойников отжига в некоторых зернах свидетельствует о том, что в меди после окончания деформации проходит постдинамическая рекристаллизация, но движущая сила роста зерна невелика, что подтверждается работами [18-20].

Проведя анализ данных табл. 1, можно сделать вывод о том, что прочностные характеристики меди увеличиваются при обоих процессах деформирования, что соответствует уравнению Холла– Петча (рис. 4), а пластические характеристики снижаются. Так, предел текучести за три цикла деформирования увеличился в 2.04 раза, что на 10% больше, чем при РКУП; предел прочности увеличился в 2.05 раз, что на 7% больше, чем при РКУП, а относительное удлинение уменьшилось на 32%, что на 12% меньше, чем при РКУП.

После деформирования провели отжиги образцов меди при температурах 100, 150, 200 и 270°С. Согласно данным работы [21], температура рекристаллизации меди составляет 110°С, поэтому статическая рекристаллизация при более низкой температуре возможна только из центров, созданных при деформации, а при отжиге выше этой температуры возможно образование зародышей рекристаллизации термоактивируемым путем, т.е. к центрам, сформированным при деформации, добавятся новые центры рекристаллизации. Следовательно, отжиг при 100 и 150°С проведен при температурах ниже и вблизи термоактивированного зарождения, а отжиг при 200–270°С – выше температуры термоактивированного зарождения.

Поэтому после нагрева деформированной структуры до 100°C не обнаружено заметного изменения структуры образца. При увеличении температуры нагрева до 150°C в структуре сохраняются отдельные зерна с полосчатым контрастом на границах, наблюдаются единичные "зародыши" рекристаллизации размером 0.15-0.20 мкм, возникшие на границах исходных деформированных зерен (рис. 3a). Т.е. при температуре 150°С наблюдается начальная стадия рекристаллизации. При повышении температуры отжига до 200°С в структуре меди произошли существенные изменения (рис. 3б). В образце наблюдается смешанная структура, состоящая из областей, содержащих деформированные зерна и новые рекристаллизованные зерна размером 1-5 мкм. Повышение температуры нагрева до 270°С приводит к формированию в образце меди полностью рекристаллизованной структуры (рис. 3в). Размер зерен составляет 10-20 мкм. Внутри отдельных зерен видны двойники отжига. Границы зерен имеют характерный полосчатый контраст. Дальнейший нагрев не приводит к существенному росту зерен.

Для подтверждения металлографических исследований определения температуры начала рекристаллизации были проведены механические испытания на определение микротвердости. Отжиг при 100°C приводит к незначительному снижению микротвердости образцов в среднем на 50 МПа (с 1090 до 1040 МПа), что связано с процессами возврата. После отжига при 200°С микротвердость образца снижается существенно (на 30% до 735 МПа), по сравнению с микротвердостью образцов меди с ультрамелкозернистой структурой, полученной способом "прокатка-РКУ-прессование". Повышение температуры отжига до 270°C приводит к дальнейшему снижению микротвердости и к приближению ее значения к постоянной величине, характерной для полноотожженной крупнозернистой стью меди (710 МПа), которая была зафиксирована в ходе измерения микротвердости меди после отжига.

выводы

Исследовано влияние нового совмещенного процесса пластической деформации "прокатка— прессование" на структуру и механические свойства меди в сравнении с РКУП.

Установлено, что прочность медных заготовок повышается после 3 проходов в 2 раза. Временное сопротивление разрыву увеличивается с 465 МПа после РКУП до 482 МПа после совмещенного процесса (прирост составляет 4%); условный предел текучести увеличивается с 386 МПа после РКУП до 405 МПа после совмещенного процесса (прирост составляет 5%). Относительное удлинение на 21% выше значения после РКУП, а относительное сужение выше на 32%. Установлено, что ультрамелкозернистая структура со средним размером зерен 2 мкм устойчива к последующему нагреву вплоть до 150°С.

Совмещенная технология "прокатка–РКУпрессование" позволяет получать за три цикла деформирования длинномерные заготовки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: ЛОГОС, 2000. 272 с.
- Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // Progress Mater. Sci. 2006. V. 51. P. 881–981.
- 3. *Rosochowski A*. European Patent № EP1861211 Severe plastic deformation of metals. B21C23/01; B21J5/00; B21C23/01; B21J5/00. 2007.
- Nayzabekov A.B., Volokitina I.E. Effect of the Initial Structural State of Cr–Mo High-Temperature Steel on Mechanical Properties after Equal-Channel Angular Pressing // Phys. Met. Metall. 2019. V. 120(2). P. 177–183.
- Murashkin M.Yu., Sabirov I., Kazykhanov V.U. Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultrafine-grained Al alloy processed via ECAP-PC // J. Mater. Sci. 2013. V. 48. P. 4501–4509.
- Сосенушкин Е.Н., Овечкин Л.М., Артес А.Э. Смирнов А.М., Сосенушкин А.Е. Устройство для равноканального углового прессования / Патент №86507 на полезную модель / Бюлл. № 25. 2009.
- Чукин М.В., Емалеева Д.Г. Влияние термической обработки на эволюцию структуры и свойств стальной проволоки в процессе РКУП протяжки // Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. 2008. № 2. С. 70–71.
- Lezhnev S., Volokitina I., Volokitin A. Evolution of Microstructure and Mechanical Properties of Steel during Pressing–Drawing // Phys. Met. Metall. 2017. V. 118. P. 1167–1170.
- Мочалин И.В., Горохов Ю.В., Беляев С.В., Губанов И.Ю. Экструдирование медных шин на установке "Конформ" с форкамерой // Цветные металлы. 2016. № 5. С. 75–78.
- Shimov G.V., Bogatov A.A., Kovin D.S. FEM Simulation of Copper Busbar Pressing on the Continuous Extrusion Line "CONFORM" // Solid State Phenomena. 2018. V. 278. P. 158–165.
- Konkova T., Mironov S., Korznikov A., Semiatin S.L. Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling // Acta Mater. 2010. V. 58. P. 5262–5273.
- 12. Найзабеков А.Б., Лежнев С.Н., Панин Е.А. Патент РК № 27262 Устройство для непрерывного прессования металлов и сплавов. В21 J 5/00., 2016. Бюл. 10.
- 13. Найзабеков А.Б., Лежнев С.Н., Панин Е.А. Теоретические исследования совмещенного процесса "прокатка-прессование" с использованием равноканальной ступенчатой матрицы// Изв. вузов. Черная металлургия. 2008. № 6. С. 22–26.
- 14. Найзабеков А.Б., Лежнев С.Н., Панин Е.А., Койнов Т.А. Экспериментальное исследование энергосиловых

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ том 121 № 7 2020

параметров совмещенного процесса "прокатка– РКУ-прессование" // Вестник Донского государственного технического ун-та. 2018. Т. 18. № 3. С. 289–299.

- Lezhnev S., Naizabekov A., Panin E., Volokitina I., Koinov T. The effect of preliminary and final heat treatment in course of the combined "rolling-pressing" process realization on microstructure evolution of copper // J. Chem. Techn. Metall. 2016. V. 51(3). P. 315–321.
- Naizabekov A., Lezhnev S., Volokitina I. Change in copper microstructure and mechanical properties with deformation in an equal channel stepped die // Metal Sci. Heat Treatment. 2015. V. 57. P. 254–260.
- 17. Чувильдеев В.Н., Пирожникова О.Э., Грязнов М.Ю. Смирнова Е.С., Нохрин А.В., Макаров И.М., Лопатин Ю.Г., Щавлева А.В., Копылов В.И. Нано- и микрокристаллические материалы, полученные методами интенсивного пластического деформирования // Учебно-методические материалы по программе повышения квалификации. Нижний Новгород. 2006, 77 с.
- 18. Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Зетова Т.Р., Шуринов Р.В., Талах С.В., Дергачева А.В. Особенности структуры двумерных поликристаллов меди, полученных методом рекристаллизации, и характер ее изменения в процессе пластического деформирования // Вопр. атом. науки и техн. 2016. № 1. С. 88–91.
- Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Patselov A.M., Pilyugin V.P. Influence of the relaxation processes on the structure formation in pure metals and alloys under high-pressure deformation // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 6039–6050.
- Chashchukhina T.I., Degtyarev M.V., Voronova L.M. Effect of Pressure on the Evolution of Copper Microstructure upon Large Plastic Deformation // Phys. Met. Metall. 2010. V. 109. P. 201–209.
- Лопатин Ю.Г. Эволюция зеренной структуры при деформации и отжиге микрокристаллических материалов, полученных методом равноканально-углового прессования / Автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук. М. 2010.