

УДК 669.35

## ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ, ПРОЧНОСТИ, ПЛАСТИЧНОСТИ И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СПЛАВЕ Cu–0.5Cr ПРИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКЕ И СТАРЕНИИ

© 2022 г. Е. А. Саркеева<sup>1</sup> \*, И. В. Александров<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования “Уфимский государственный авиационный технический университет”, Уфа, Россия

\*E-mail: sarkeeva.e@inbox.ru

Поступила в редакцию 30.06.2022 г.

После доработки 15.07.2022 г.

Принята к публикации 22.07.2022 г.

Представлены результаты исследования эволюции микроструктуры, механических свойств и электропроводности ультрамелкозернистого состояния сплава Cu–0.5(вес. %)Cr в ходе холодной прокатки с различными степенями обжата и старения. Ультрамелкозернистое состояние было получено методом равноканального углового прессования. Исследования проведены в сравнении с крупнозернистым состоянием сплава.

DOI: 10.31857/S0367676522110230

### ВВЕДЕНИЕ

Сплавы системы Cu–Cr являются объектом активных исследований, так как обладают высокими прочностью, электро- и теплопроводностью. Данные материалы используются для производства электрических проводников, используемых в миниатюрных интеллектуальных вычислительных системах в микроэлектронике в качестве профилей для коллекторных пластин электродвигателей, которые требуют высокопрочных проводящих материалов [1, 2].

Необходимое сочетание прочности и электропроводности возможно достичь благодаря оптимальной деформационно-термической обработке [1–3]. Традиционно, для получения листовых заготовок применяется холодная деформация прокаткой. Однако материалы после прокатки, наряду с повышенной прочностью, характеризуются пониженными пластичностью и электропроводностью, что снижает потенциал их применения и заставляет большее внимание уделять достижению баланса между данными свойствами. Особое внимание при формировании оптимального комплекса свойств отводится пост-деформационной термообработке (ТО), т.к., с одной стороны, реализованное в результате старения дисперсионное упрочнение дает большой прирост прочности, а, с другой стороны, оно приводит к восстановлению электропроводности [3, 4, 6–9].

Достижение уникального сочетания технологических и эксплуатационных свойств в сплавах

возможно за счет формирования в них ультрамелкозернистой или нанокристаллической (НК) структуры. Эффективным для получения ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры является метод интенсивной пластической деформации (ИПД) [5–12], в частности, равноканальное угловое прессование (РКУП). Например, в работах [11, 12] показано, что в сплавах Cu–0.5(вес. %)Cr и Cu–0.69(вес. %)Cr подвергнутых 4 проходам РКУП удалось увеличить предел прочности до 570 и 530 МПа, за счет уменьшения размера структурных составляющих до 510 и 540 нм и выделения дисперсных частиц Cr. Применение РКУП позволяет получать массивные заготовки в виде прутков, однако промышленное производство требует дальнейшего передела прутков в ленты, листы, пластины и др. Таким образом, актуальным является вопрос исследования влияния прокатки на микроструктуру УМЗ медных сплавов.

Целью данной работы является экспериментальное исследование влияния холодной прокатки и последующего старения на микроструктуру и свойства дисперсионно-твердеющего сплава Cu–0.5(вес. %)Cr (Cu–0.5)Cr с УМЗ структурой, полученной методом РКУП.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве материала для исследований был выбран промышленный электротехнический сплав Cu–0.5Cr. Образцы в исходном состоянии имели размеры 10 × 10 × 60 мм и форму прямо-

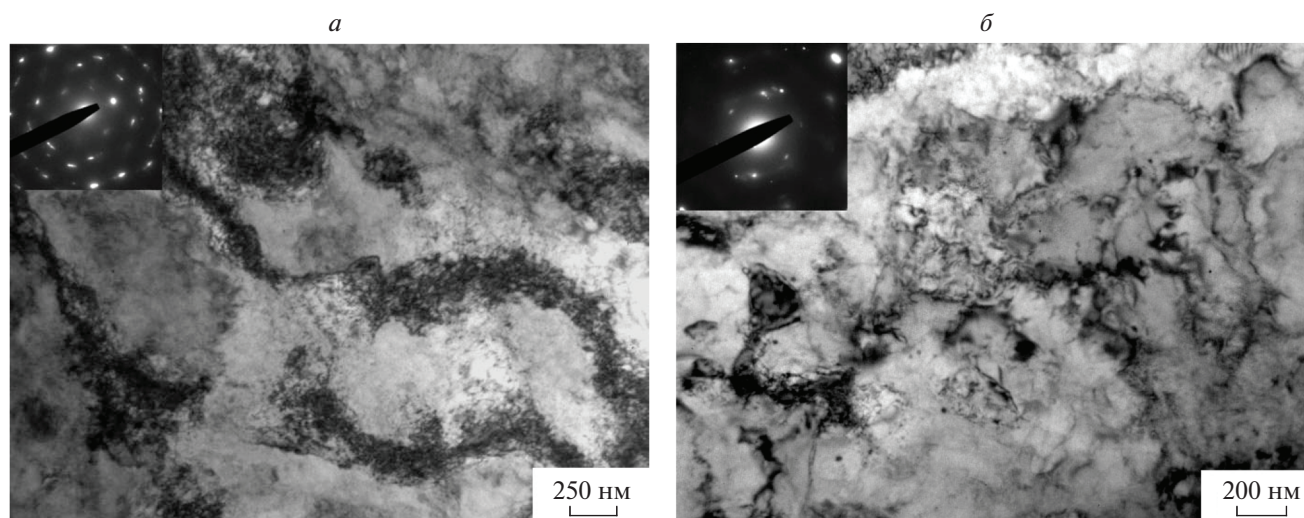


Рис. 1. Микроструктура сплава в состояниях ХП90 (а) и ХП90 + ТО (б). ПЭМ.

угольных параллелепипедов. Для формирования пересыщенного твердого раствора образцы выдерживали в течение 0.5 ч при 1000°C и далее закачивали в 5%-ном растворе NaCl. Далее это состояние обозначено как “ИС” (Исходное состояние).

ИС характеризуется крупнозернистой микроструктурой со средним размером зерна  $260 \pm 11$  мкм и большим количеством двойников отжига. В микроструктуре видны включения размером  $4.3 \pm \pm 0.1$  мкм на основе хрома [13].

Далее часть образцов в ИС была подвергнута холодной прокатке (ХП). Вторая часть образцов подвергалась РКУП.

ХП проводили при комнатной температуре со степенями обжатия 40, 60, 80 и 90%. За один проход при прокатке уменьшение толщины составило примерно 5%. Между проходами заготовки охлаждали на воздухе, чтобы минимизировать влияние деформационного нагрева на микроструктуру.

РКУП осуществляли в оснастке с внутренним углом пересечения каналов  $\psi = 90^\circ$  по маршруту Вс (поворот заготовки на угол  $90^\circ$  по часовой стрелке вдоль продольной оси заготовки после каждого прохода) при комнатной температуре со скоростью 0.2 мм/с. Было сделано 4 прохода. После РКУП была проведена ХП при комнатной температуре со степенями обжатия 40, 60, 80 и 90%. Направление прокатки было параллельно направлению экструзии.

Старение проводили на воздухе в печи Nobertherm 45 при 425°C в течение 40 мин. Исследования микроструктуры и свойств проводили в плоскости прокатки. Для исследования микроструктуры использовали оптический микроскоп (ОМ) OLIMPUS GX51, растровый электронный микроскоп JEOL JSM-6490LV и просвечиваю-

щий электронный микроскоп (ПЭМ) JEOL 2100. Расчет размера зерен/субзерен в микроструктуре после деформации проводили по темнопольному изображению. Измерения проводили вдоль короткой оси, т.е. измеряли толщину зерен/субзерен.

Испытания на растяжение проводили при скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  на приборе Instron 8801 при комнатной температуре. Образцы вырезали из центральной части РКУП заготовок и листов после прокатки параллельно направлению деформации. Измерение электропроводности проводили методом вихревых токов в соответствии с ГОСТ 27333-87 на приборе ВЭ-27НЦ/4-5. Измерения проводили при комнатной температуре. Погрешность измерения составила  $\pm 2\%$ .

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе ХП со степенями обжатия от 40 до 90% микроструктура ИС вытягивается в направлении прокатки. При больших степенях деформации микроструктура становится ламелярной. Наблюдается значительное уменьшение расстояния между границами, измеренного в перпендикулярном направлении к плоскости прокатки, с  $200 \pm 10$  до  $350 \pm 10$  нм. На рис. 1а представлена типичная микроструктура после прокатки со степенью обжатия 90% (состояние 90ХП). Видно, что границы уширены и изогнуты [14].

Последующее старение прокатанного ИС (состояние 90ХП + ТО) приводит к распаду пересыщенного твердого раствора и выделению дисперсных частиц со средним размером  $13 \pm 1$  нм (рис. 1б). При этом среднее расстояние между границами практически не меняется и составляет  $360 \pm 15$  нм.

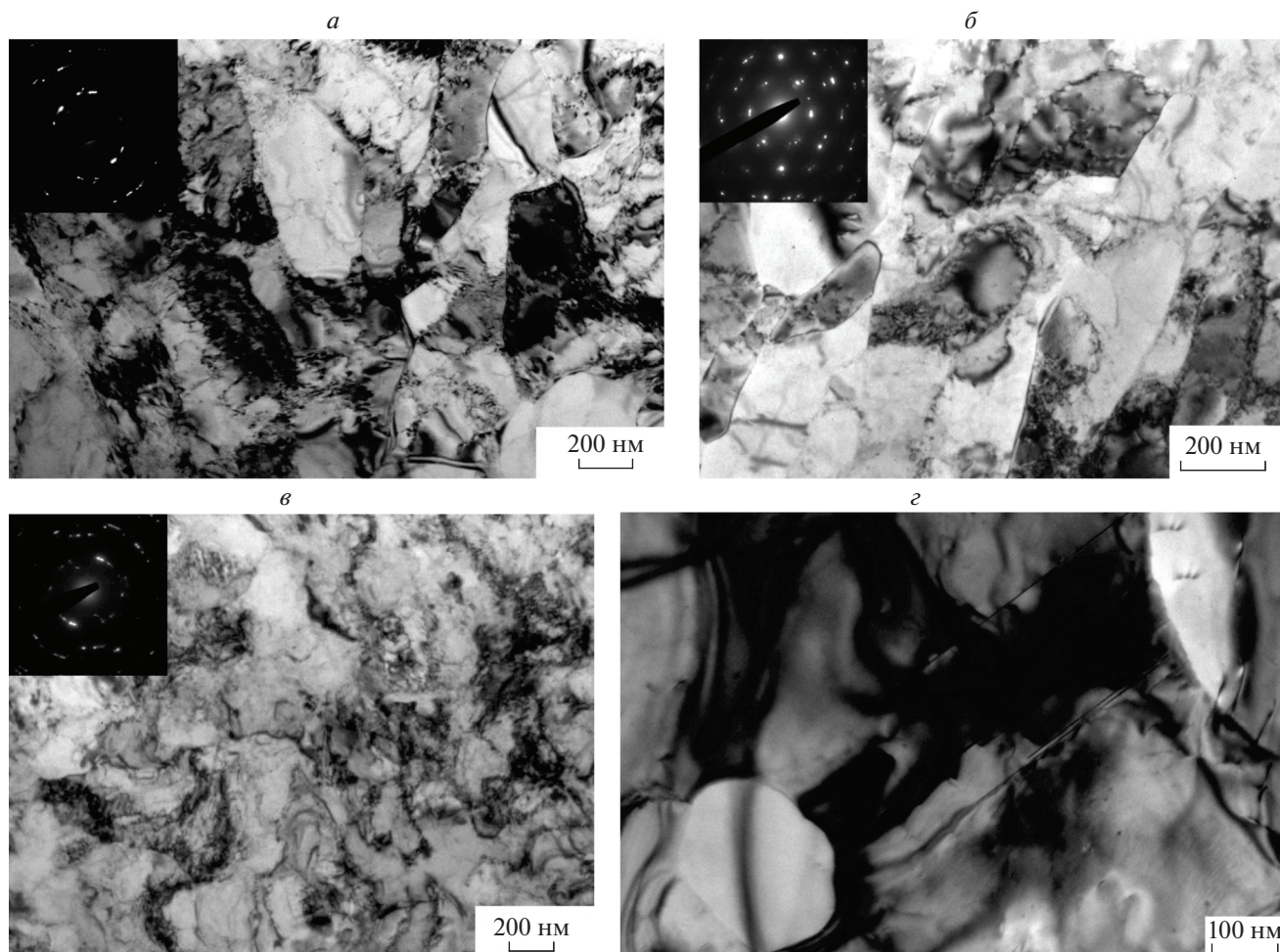


Рис. 2. Микроструктура состояний РКУП4 (а), РКУП4 + 40ХП (б) и РКУП4 + 90ХП (в, г). ПЭМ.

РКУП (рис. 2а) приводит к значительному измельчению структурных элементов и преобразованию микроструктуры ИС в УМЗ структуру за счет перестройки дислокаций. В ходе РКУП дислокации непрерывно генерируются и за счет постепенной объединяются в клубки/ячейки и границы субзерен, в итоге формируют новые границы зерен [15]. В результате 4 проходов РКУП (состояние РКУП4) формируется вытянутая микроструктура со средним размером зерен/субзерен  $255 \pm 20$  нм. Анализ фотографий микроструктуры после РКУП выявил наличие частиц вторичных фаз. Таким образом, во время ИПД активизировались процессы диффузии, приводящие к разложению перенасыщенного твердого раствора и образованию частиц размером около 6 нм.

Микроструктура состояний РПКУП4 + 40ХП и РПКУП4 + 90ХП, полученных в результате холодной прокатки состояния РКУП4 со степенями обжатия 40 и 90% соответственно, представлена на рис. 2.

В результате холодной прокатки со степенью обжатия 40% состояния РКУП4 микроструктура вытягивается в направлении прокатки. Средний размер зерен/субзерен достигает  $406 \pm 16$  нм (рис. 3). Выявленные изменения в микроструктуре являются следствием использованной схемы деформации

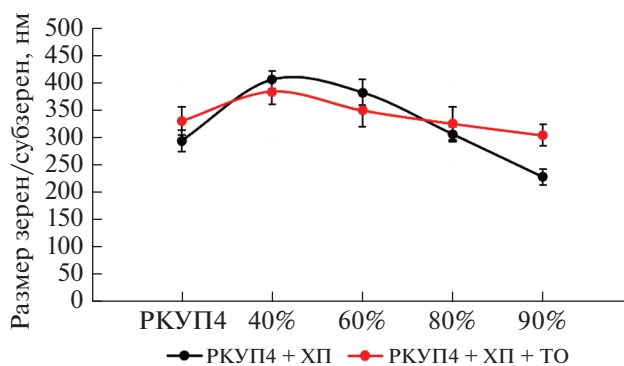


Рис. 3. График зависимости размера зерен/субзерен от степени деформации.

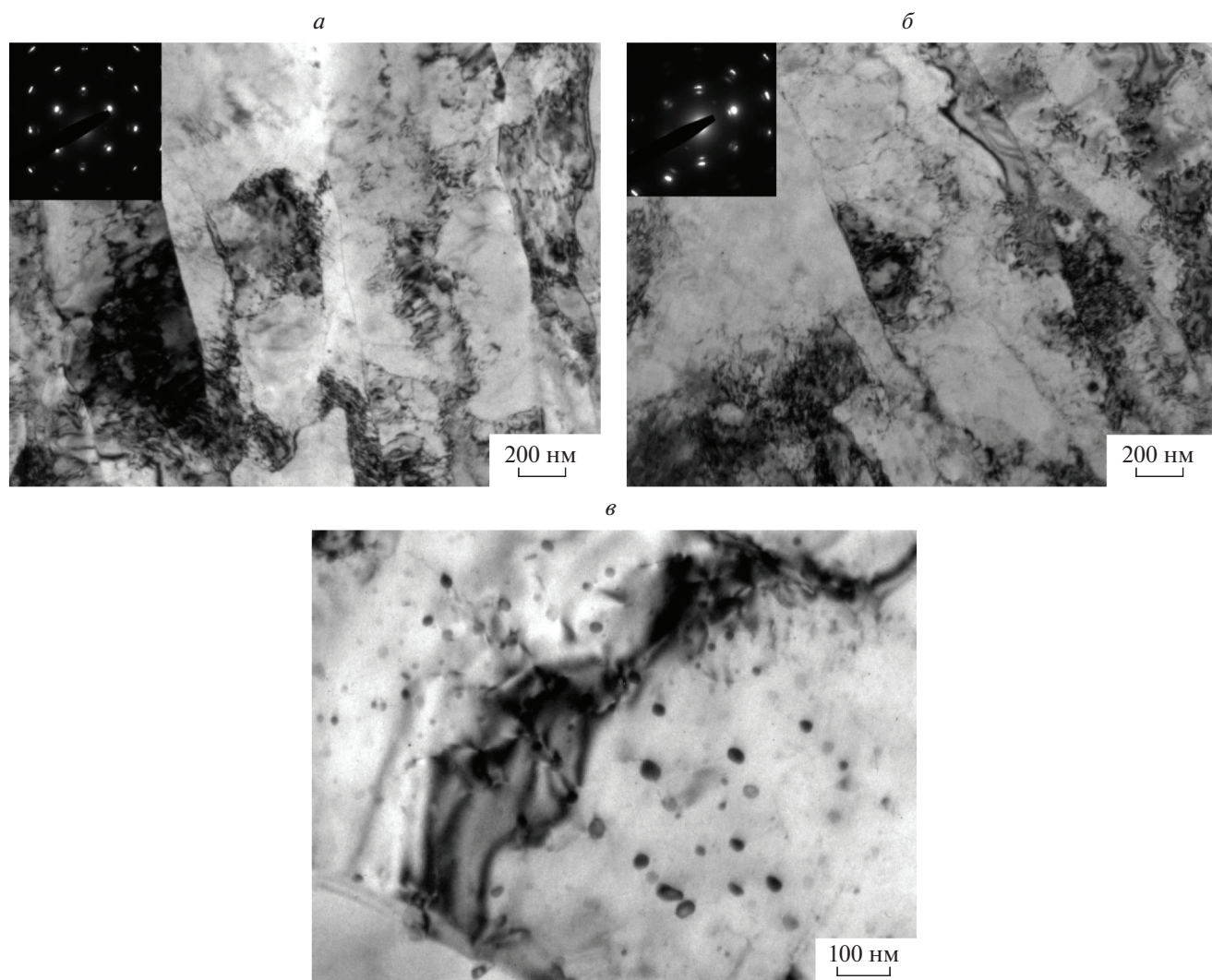


Рис. 4. Микроструктура состояний РКУП4 + 40ХП + ТО (а), РКУП4 + 90ХП + ТО (б, в). ПЭМ.

ции. Ранее вытянутые в направлении деформации зерна/субзерна, характерные для состояния РКУП4, становятся уплощёнными за счет уменьшения их толщины [16]. Последующее увеличение степени обжатия до 90% приводит к постепенному уменьшению среднего поперечного размера зерен/субзерен до  $229 \pm 15$  нм. При больших степенях обжатия, наряду с вытянутыми сильнодеформированными зернами, наблюдаются мелкие равноосные зерна, свободные от дислокаций, с ровными тонкими границами (рис. 2г). Подобные зерна наблюдали в работе [16] после прокатки образцов чистой меди, подвергнутых 4, а особенно 10 проходам РКУП. В микроструктуре также наблюдаются частицы вторичных фаз диаметром в диапазоне 3–6 нм.

Таким образом, в результате холодной прокатки УМЗ состояния удалось сформировать микроструктуру с меньшим размером зерен/субзерен по

сравнению прокатанным исходным состоянием. Границы зерен/субзерен становятся более тонкими и резкими, что связано с увеличением их ориентировки.

В результате старения не происходит существенного изменения размера зерен/субзерен (рис. 3) в микроструктуре состояний РКУП4, РКУП4 + ХП со степенью обжатия 40, 60 и 80%. После прокатки со степенью обжатия 90% размер зерна/субзерна увеличивается с  $229 \pm 15$  до  $305 \pm 20$  нм.

Старение не приводит к видимому изменению в расположении и плотности дислокаций как в РКУП4 + ТО, так и в РКУП4 + 90ХП + ТО состояниях (рис. 4а и 4б). Сохраняются зерна/субзерна с размытыми и неровными границами. Неоднородность в распределении дислокаций внутри некоторых из них свидетельствует о сохранении напряженного состояния. Старение сопровождается

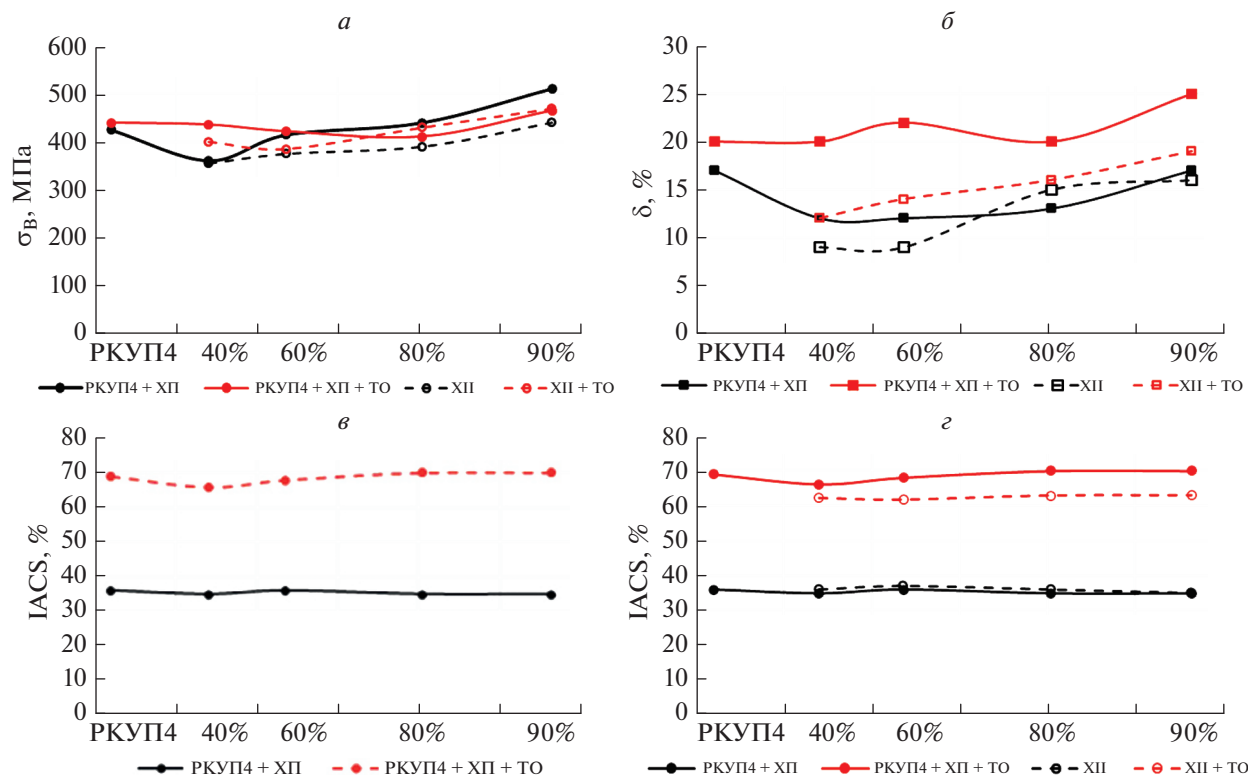


Рис. 5. Свойства сплава: зависимость предела прочности от степени деформации (а), зависимость относительного удлинения от степени деформации (б), зависимость электропроводности сплава от степени деформации (в, г).

формированием частиц сферической и эллипсоидальной форм (рис. 4в). Частицы расположены неравномерно как по объему, так и по границам зерен. Размер частиц увеличивается и составляет около  $10 \pm 1$  нм. Таким образом, при старении предварительная деформационная обработка (РКУП + ХП) приводит к выделению частиц с меньшим размером, чем после старения ИС + ХП состояния ( $13 \pm 1$  нм).

Пластическая деформация способствует изменению механических характеристик сплава. ИС + ХП приводит к увеличению предела прочности с 160 МПа до 440 МПа (табл. 1, рис. 5а), относительное удлинение уменьшается с 42 до 16% (табл. 1, рис. 5б). РКУП приводит к росту предела прочности  $\sigma_B$  с  $160 \pm 10$  до  $425 \pm 10$  МПа, что связано с дислокационным и зернограничным упрочнениями. При этом относительное удлинение уменьшается с  $42 \pm 2$  до  $17 \pm 2$ %. Последующая ХП со степенью обжатия 40% способствует разупрочнению, что связано с увеличением среднего размер зерен/субзерен (рис. 3) в соответствии с соотношением Холла-Петча [17, 18]. При дальнейшем увеличении степени обжатия до 90% предел прочности возрастает до  $510 \pm 18$  МПа. Смена схемы деформации с РКУП на ХП приводит к снижению относительного удлинения с  $17 \pm 2$  до

$12 \pm 1$ %. Дальнейшее увеличение степени деформации приводит к ее восстановлению до  $17 \pm 1$ %.

Низколегированный сплав Cu–0.5(Cг относится к классу дисперсионно–упрочняемых сплавов, для которых старение является важнейшим этапом достижения оптимального комплекса прочности и электропроводности. В дополнение к дислокационному и зернограничному упрочнениям происходит упрочнение дисперсными частицами вторичных фаз, которые выделяются при распаде твердого раствора. Частицы, выделяясь в местах

Таблица 1. Механические и электрические свойства

Состояние	$\sigma_B$ , МПа	$\epsilon$ , %	IACS, %
ИС	$160 \pm 10$	$42 \pm 2$	37
ИС + 90ХП	$440 \pm 10$	$16 \pm 1$	35
ИС + 90ХП + ТО	$465 \pm 10$	$18 \pm 2$	67
РКУП4	$425 \pm 7$	$17 \pm 2$	39
РКУП4 + 90ХП	$510 \pm 18$	$17 \pm 1$	35
РКУП4 + 90ХП + ТО	$460 \pm 10$	$25 \pm 1$	70

скопления дислокаций, границах зерен и субзерен препятствуют движению дислокаций, миграции границ зерен/субзерен. Однако, если частицы укрупняются, вклад дисперсионного упрочнения ослабляется, что наблюдается после старения состояния РКУП4 + ХП. При этом происходит некоторый возврат микроструктуры, что обеспечивает уменьшение предела прочности до  $460 \pm 10$  МПа и улучшение пластичности до  $25 \pm 1\%$ , что на 8% выше, чем в случае прокатанного крупнозернистого ИС.

В ИС электропроводность составила 37% IACS. Величина электропроводности существенно зависит от уровня дефектности микроструктуры. ИПД и последующая ХП сопровождаются увеличением плотности дислокаций и протяженности границ зерен, на которых происходит рассеяние электронов проводимости. Однако, как видно из рис. 5в, величина электропроводности не сильно зависит от степени деформации. Следовательно, основной вклад в электропроводность вносят атомы легирующего элемента, находящиеся в твердом растворе, что согласуется с результатами, полученными в [19, 20]. В процессе старения происходит распад твердого раствора, в результате которого происходит выделение частиц вторичных фаз и их укрупнение (рис. 4г, табл. 1), а также процессы, приводящие к восстановлению микроструктуры, в результате чего электропроводность всех деформированных состояний восстанавливается до 68–70% IACS. При этом электропроводность прокатанного УМЗ состояния, равная 70% IACS, несколько выше, чем у прокатанного исходного крупнозернистого состояния, равная 67% IACS. Следовательно, предварительная ИПД способствует более полному распаду пересыщенного твердого раствора.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Холодная прокатка УМЗ состояния приводит к формированию вытянутой сильнодеформированной микроструктуры. При этом увеличение степени обжатия приводит к увеличению размера структурных составляющих при 40% обжатии. При больших степенях обжатия размер зерен/субзерен монотонно уменьшается. Немонотонный характер изменения размера структурных составляющих связан со сменой схемы деформации. Последующее старение приводит к аналогичным изменениям в характере микроструктуры. При этом размер структурных составляющих меняется незначительно. Обнаруженные тенденции слабо отличаются от тенденций, характерных для прокатки и старения ИС.

Прочность УМЗ состояния после прокатки и старения слабо отличается от прочности соответствующих состояний, полученных прокаткой и старением ИС. В то же время, пластичность УМЗ

состояния, подвергнутого плоской прокатке и старению, выше.

Старение приводит к более высокой электропроводности прокатанного УМЗ состояния, чем у прокатанного ИС крупнозернистого состояния, что связано с более полным распадом пересыщенного твердого раствора.

Обнаруженные закономерности говорят о положительном влиянии предварительного измельчения микроструктуры на уровни пластичности и электропроводности сплава Cu–0.5Cr при прокатке и старении.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 0838-2020-0006 “Фундаментальные исследование новых принципов создания перспективных электромеханических преобразователей энергии с характеристиками выше мирового уровня, с повышенной эффективностью и минимальными удельными показателями, с использованием новых высокоэффективных электротехнических материалов”).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Осинцев О.Е., Федоров В.Н.* Медь и медные сплавы, отечественные и зарубежные марки. М.: Машиностроение, 2004. 215 с.
2. *Vinogradov A., Ishida N., Kitagawa K., Kopylov V.* // Acta Mater. 2005. V. 53. P. 2181.
3. *Purcek G., Yanar H., Saray O. et al.* // Wear. 2014. V. 311. P. 149.
4. *Sarkeeva E.A., Alexandrov I.V.* // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Engin. 2020. V. 1008. Art. No. 012057.
5. *Валиев П.З., Александров И.В.* Объемные наноструктурные металлические материалы, Получение, структура и свойства. М.: Академкнига, 2007. 271 с.
6. *Islamgaliev R.K., Nesterov K.M., Bourgon J. et al.* // J. Appl. Phys. 2014. V. 115. Art. No. 194301.
7. *Vinogradov A., Suzuki Y., Ishida T. et al.* // Mater. Trans. 2004. V. 45. No. 7. P. 2187.
8. *Vinogradov A., Patlan V., Suzuki Y. et al.* // Acta Mater. 2002. V. 50. No. 7. P. 1639.
9. *Kun Xia Wei, Wei Wei, Fei Wang et al.* // Mater. Sci. Engin. A. 2011. V. 528. No. 3. P. 1478.
10. *Vinogradov A., Ishida T., Kitagawa K., Kopylov V.I.* // Acta Mater. 2005. V. 53. No. 8. P. 2181.
11. *Xu C.Z., Wang Q.J., Zheng M.S. et al.* // Mater. Sci. Engin. A. 2007. V. 59. P. 303.
12. *Wang Q.J., Xu C.Z., Zheng M.S. et al.* // Mater. Sci. Engin. A. 2008. V. 496. P. 434.
13. *Sarkeeva E.A., Alexandrov I.V.* // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Engin. 2020. V. 672. Art. No. 012056.
14. *Liua Q., Huang X., Lloyd D.J., Hansen N.* // Acta Mater. 2019. V. 50(15). P. 3789.
15. *Hughes D.A., Hansen N.* // Acta Mater. 1997. V. 45. P. 3871.

16. *Guowei Wang, Dan Song, Zhikai Zhou et al.* // J. Mater. Res. Tech. 2021. V. 15. P. 2419.
17. *Stepanov N.D., Kuznetsov A.V., Salishchev G.A. et al.* // Mater. Sci. Engin. A. 2012. V. 554. P. 105.
18. *Petch N.J.* // J. Iron. Steel. Inst. 1953. V. 174. P. 25.
19. *Козлов Э.В., Конева Н.А., Попова Н.А.* // Изв. РАН. Сер. физ. 2009. Т. 73. № 9. С. 1295; *Kozlov E.V., Konneva N.A., Popova N.A.* // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2009. V. 73. No. 9. P. 1227.
20. *Chembarisova R.G.* // Tech. Phys. 2020. V. 65. P. 593.

## **Evolution of microstructure, strength, plasticity, and electric conductivity in ultrafine-grained Cu–0.5Cr alloy during cold rolling and aging**

**E. A. Sarkeeva<sup>a, \*</sup>, I. V. Alexandrov<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>*Ufa State Aviation Technical University, Ufa, Russia*

*\*e-mail: sarkeeva.e@inbox.ru*

We presented the results of a study of the evolution of the microstructure, mechanical properties and electrical conductivity of the ultrafine-grained state of the Cu–0.5(wt %)Cr alloy during cold rolling with various degrees of reduction and aging. The ultrafine-grained state was obtained by equal channel angular pressing. The studies were carried out in comparison with the coarse-grained state of the alloy.