

**INFLUENCE OF THE INITIAL STRUCTURAL STATE OF THE CU-0.6CR ALLOY
ON RECRYSTALLIZATION IN THE PROCESS OF SPD**

Denis Alekseevich Aksenov^{1, 2a}, *Rashid Nailevich Asfandiyarov*^{1, 2},
*Maria Andreevna Shishkunova*², *Yulia Ramilevna Sementeeva*²

¹ Institute of Molecule and Crystal Physics UFRC RAS, pr. Oktyabrya 151, Ufa, 450075, Russia

² Ufa University of Science and Technology, Zaki Validi str. 32, Ufa, 450076, Russia

^a AksyonovDA@mail.ru

ABSTRACT

An alloy of the Cu-Cr-Zr system is a promising high-strength electrically conductive material. In turn, due to the significant refinement of the structure, SPD methods can significantly increase the mechanical characteristics. Therefore, the study of structural and phase changes in this system of alloys under SPD conditions is of particular interest. It is known that deformation treatment at temperatures above 450–500 °C can be accompanied by recrystallization processes. The type of recrystallization under deformation conditions depends on the characteristics of boundaries and grains. In this paper, we study the issue of the influence of the initial type of structure on the nature of recrystallization under conditions of warm ECAP conform at 450 °C in the Cu-0.6Cr alloy. Coarse-grained equiaxed, obtained after high-temperature annealing at 1050 °C and subsequent quenching in water, and a stripe structure, obtained by drawing, were used as the initial state. It has been established that in the case of initial equiaxed grains, the centers of recrystallization during ECAP will be predominantly triple junctions of grains. In the case of elongated grains, the character of continuous dynamic recrystallization was observed. That is, the nucleation of recrystallized grains occurs along elongated grain boundaries. The main reason can be considered a more stressed state of the boundaries in the original structure after drawing.

KEYWORDS

Copper alloys; ECAP; electrical conductivity; recrystallization; strength.

**ВЛИЯНИЕ ИСХОДНОГО СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ СПЛАВА CU-0.6CR
НА РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЮ В ПРОЦЕССЕ ИПД**

Денис Алексеевич Аксенов^{1, 2a}, *Рашид Наилевич Асфандияров*^{1, 2},
*Мария Андреевна Шишкунова*², *Юлия Рамилевна Сементеева*²

¹ Институт физики молекул и кристаллов УФИЦ РАН, Россия, 450075, Уфа, пр. Октября, 151

² Уфимский университет науки и технологий, Россия, 450076, Уфа, ул. Заки Валиди, 32

^a AksyonovDA@mail.ru

АННОТАЦИЯ

Сплав системы Cu-Cr-Zr является перспективным высокопрочным электропроводным материалом. В свою очередь за счет существенного измельчения структуры методы ИПД позволяют значительно увеличить механические характеристики. Поэтому исследование структурных и фазовых изменений в данной системе сплавов в условиях ИПД представляет особый интерес. Известно, что деформационная обработка при температуре выше 450–500 °С может сопровождаться процессами рекристаллизации. Вид рекристаллизации в условиях деформации зависит от характеристик границ и зерен. В данной работе исследуется вопрос влияния исходного вида структуры на характер рекристаллизации в условиях теплового РКУП-конформ при 450 °С в сплаве Cu-0,6Cr. В качестве исходного состояния были использованы крупнозернистая равноосная, полученная после высокотемпературного отжига при 1050 °С и последующей закалки в воду, и полосового вида структуры, полученная методом волочения. Установлено, что в случае исходных равноосных зерен центрами рекристаллизации в процессе РКУП будут являться преимущественно тройные стыки зерен. В случае вытянутых зерен наблюдался характер непрерывной динамической рекристаллизации. То есть зарождение рекристаллизованных зерен происходит вдоль вытянутых границ зерен. Основной причиной можно считать более напряженное состояние границ в исходной структуре после волочения.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Медные сплавы; РКУП; электропроводность; рекристаллизация; прочность.

Введение

В настоящее время идет активное развитие высокоскоростного железнодорожного транспорта. Рост скоростей движения существенно увеличивает нагрузки на контактную сеть, в первую очередь на контактный провод [1, 2]. Производимые в РФ медные и низколегированные контактные провода зачастую не удовлетворяют современным требованиям [3]. Таким образом, существует проблема получения комплекса эксплуатационных характеристик контактных проводов, которые бы им соответствовали.

Измельчение структуры материалов до субмикрометрических и нанометрических размеров методами интенсивной пластической деформации (ИПД) способно придать им уникальные сочетания функциональных свойств. В частности, с помощью равноканального углового прессования (РКУП) – метода ИПД, пригодного для обработки массивных заготовок, в медных сплавах можно сформировать ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру, характеризующуюся высокой

прочностью при сохранении достаточной пластичности [4–6]. ИПД, осуществляемая методом РКУП, приводит к существенному увеличению плотности дефектов (дислокаций, границ зерен и т.д.) в металлах и сплавах [7–12]. Развитие метода РКУП в виде конформ технологий позволяет получать длинномерные изделия, что повышает привлекательность таких методов для применения на производствах [13].

Для дисперсионно-упрочняемого сплава системы Cu-0,6Cr важную роль играют режимы обработки, в частности температура деформации. При температурах выше 400 °С в данном классе сплавов, в условиях ИПД могут развиваться рекристаллизационные процессы, а также происходит процесс распада пересыщенного твердого раствора хрома. Оба процесса активно влияют на результирующие характеристики структуры и свойств [14–16]. Процесс распада пересыщенного твердого раствора приводит к упрочнению за счет выделения дисперсных частиц второй фазы. Рекристаллизация, как правило, снижает прочность, однако может

благоприятно влиять на пластичность материала, за счет образования равноосных зерен. Можно выделить два основных вида рекристаллизации происходящей в процессе деформации: прерывистую и непрерывную. Непрерывная рекристаллизация характерна для вытянутых структур полосового типа и приводит к формированию направленных скоплений рекристаллизованных зерен. Так, например, в работе [17] рассматривалось влияние РКУП с последующей прокаткой на структуру и физико-механические свойства низколегированной бронзы системы Cu-Cr-Zr. Структура после 2 проходов РКУП характеризовалась высокой долей малоугловых границ (МУГ) – границ с разориентировкой 2° – 15° . Постепенно, с увеличением степени деформации (вплоть до $e = 8,8$), МУГ трансформируются в БУГ, формируя новые ультрамелкие зерна, размером меньше 1 мкм. Такое деформационное поведение материала можно классифицировать как непрерывную динамическую рекристаллизацию.

На сегодняшний день прикладных работ, посвященных влиянию рекристаллизационных процессов в условиях ИПД на комплекс свойств в готовом изделии, крайне мало. Поэтому исследования в данном направлении довольно актуальны. Таким образом целью работы является определение особенностей формирования структуры и рекристаллизованных зерен в процессе РКУП-конформ сплава Cu-0,6Cr.

1. Метод, материал и методики исследования

В качестве материала исследования выбран сплав Cu-0,6Cr после высокотемпературной обработки в электропечи Nabertherm N321/13 при температуре 1050°C в течение 2 ч с последующей закалкой в воду. Затем один из образцов бронзы подвергли волочению с диаметра 13 мм до 12 мм при 100°C .

Деформация методом РКУП по схеме Конформ проводилась при нагреве установки до 400°C и заготовки до 450°C . Проведен 1 цикл деформации для каждого из состояний – закаленного и после волочения.

Суммарная степень деформации при волочении составила $e = 1,1$. Длина заготовки для РКУП-конформ составляла 150 мм.

Металлографические исследования проводили на световом микроскопе «OLYMPUS GX51» и растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6490LV. Измерение микротвердости производили на готовых шлифах на микротвердомере Duramin-2 с использованием алмазной пирамиды Виккерса в соответствии с ГОСТ-2999-75. Механические испытания проводились при комнатной температуре на универсальной разрывной машине Instron 8862, при скорости деформирования 1 мм/с. Для испытаний на растяжение использовались пропорциональные цилиндрические образцы типа IV по ГОСТ 1497-84. Диаметр рабочей части составлял 3 мм, с начальной расчетной длиной 15 мм. Исследования удельной электропроводности проводили с помощью прибора ВЭ-27НЦ. Значения электропроводности определяли по ГОСТ 27333-87. Полученный результат выражали в процентах в соответствии с International Annealed Copper Standard (IACS).

2. Результаты исследования и их обсуждение

Для выявления особенностей формирования рекристаллизованных зерен в сплаве Cu-0,6Cr были подготовлены два исходных состояния, структуры которых представлены на рис. 1. Структура закаленного образца представляет собой крупнозернистую структуру со средним размером зерна 410 ± 100 мкм. Структура после волочения представлена вытянутыми зернами со средним поперечным размером зерен 200 ± 50 мкм. Как в закаленном, так и после волочения, в теле зерен наблюдаются двойники отжига, поперечный размер которых достигает 30–40 мкм. Электропроводность закаленного образца составила $35 \pm 2\%$ IACS, после волочения $-32 \pm 2\%$ IACS. Небольшая разница в электропроводности исходных состояний может быть связана с большей плотностью линейных дефектов в волоченом состоянии [18].

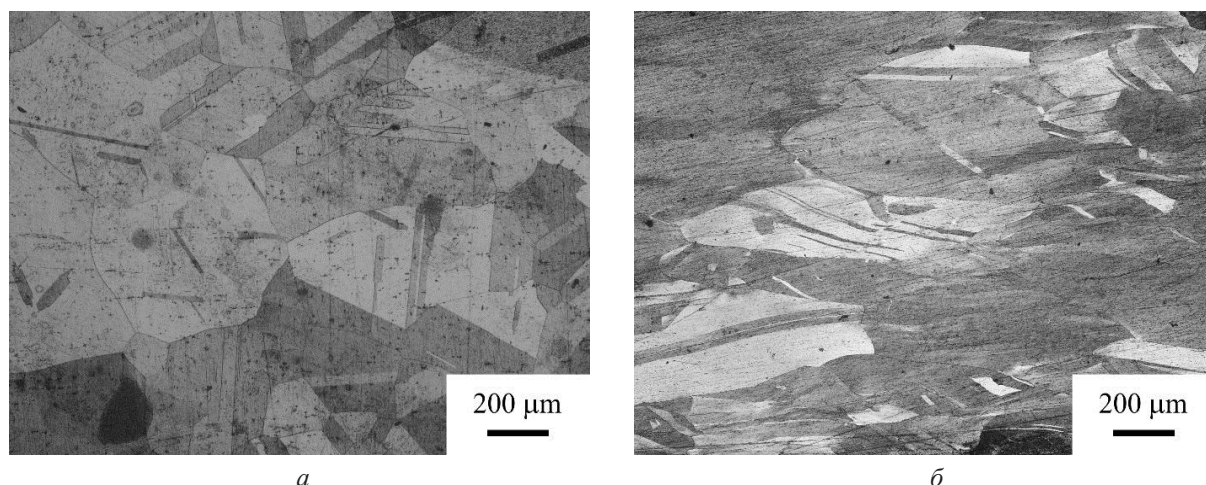


Рис. 1. Структура сплава Cu-0,6Cr после закалки с 1050 °C (а) и после волочения (б)

Fig. 1. Structure of the Cu-0.6Cr alloy after quenching from 1050 °C (a) and after drawing (b)

Деформационная обработка методом РКУП-конформ приводит к трансформации структуры закаленного сплава Cu-0,6Cr. Как видно из рис. 2, а формируются вытянутые зерна. В связи с достаточно высокой для бронзы температуры деформации средний поперечный размер зерен составляет 110 ± 40 мкм. При этом более тщательное исследование позволило установить наличие преимущественно в местах тройных стыков рекристаллизованных зерен, средний размер которых достигает 10 ± 2 мкм. Электропроводность составила $39 \pm 2\%$ IACS. Повышение электропроводности связано с процес-

сом распада твердого раствора, который при температуре 450 °C в данном сплаве начинает протекать более активно [19].

Структура после 1 прохода РКУП-конформ сплава Cu-0,6Cr, предварительно подверженного волочению, имеет некоторые отличительные особенности. В частности, вдоль вытянутых границ зерен можно наблюдать скопления рекристаллизованных зерен со средним поперечным размером 2–4 мкм. Такой вид рекристаллизации можно отнести динамической непрерывной рекристаллизации [20]. Электропроводность составила $39 \pm 2\%$ IACS.

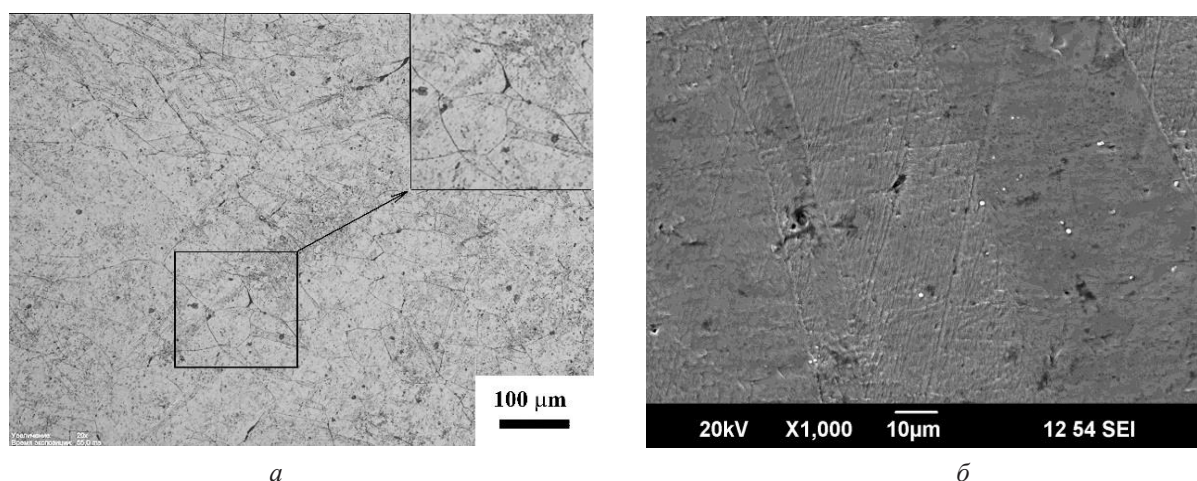


Рис. 2. Структура закаленного состояния сплава Cu-0,6Cr после РКУП-конформ: а – световая микроскопия; б – РЭМ

Fig. 2. The structure of the hardened state of the Cu-0.6Cr alloy after ECAP-conform: а – light microscopy; б – SEM

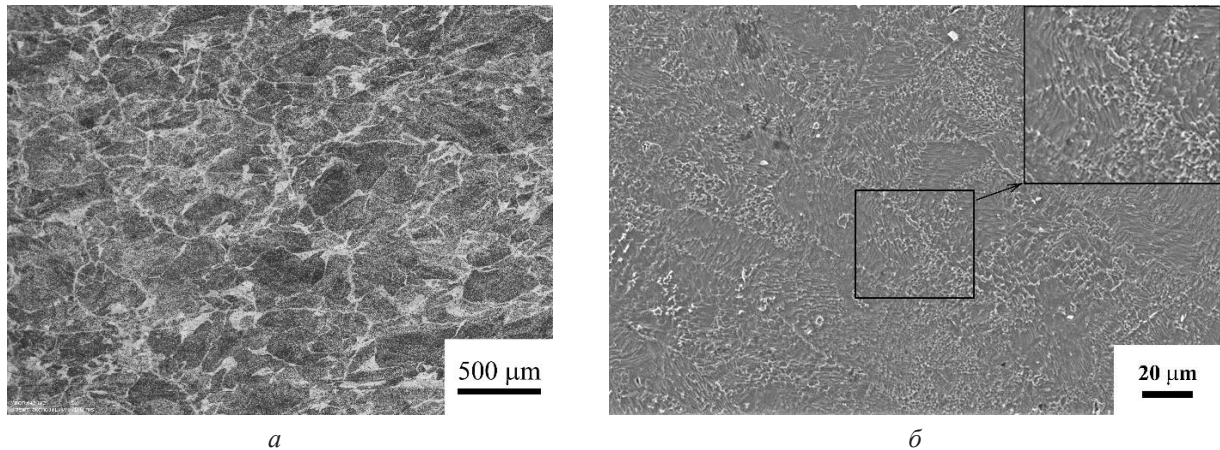


Рис. 3. Структура волоченого состояния сплава Cu-0,6Cr после РКУП-конформ:
a – световая микроскопия; *б* – РЭМ

Fig. 3. The structure of the drawing state of the Cu-0.6Cr alloy after ECAP-conform:
a – light microscopy; *б* – SEM

Наблюдаемые отличительные особенности формирования рекристаллизованных зерен связаны с геометрией исходных зерен. Как было показано в работах [20, 21], развитие непрерывной динамической реализации возможно при наличии линейных границ зерен, что может приводить к более существенному межзеренному трению. Тогда появление новых зерен будет происходить не в местах тройных стыков зерен, а к примеру за счет расслоения границы зерна с предварительным образованием субзерна и последующим повышением разориентировки его границ относительно материнского зерна. Как правило картину непрерывной динамической рекристаллизации наблюдали после нескольких циклов деформации, когда на первых этапах деформации формировалась полосовая структура и образовывались рекристаллизованные зерна вдоль вытянутых границ зерен.

С другой стороны, наблюдаемые результаты работы можно интерпретировать с точки зрения свойств исходных границ зерен. Теория внутреннего трения свидетельствует о том, что при температурах $\sim 0,6T_{пл}$. возрастание температурного фона на границе носит экспоненциальный характер. В работах [22, 23] приводятся основные механизмы высокотемпературного фона внутреннего трения

(ВФВВ). Как видно из теории, вклад в этот фон дают различные структурные дефекты. Температурная зависимость ВФВВ как правило описывается выражением:

$$Q^{-1} \sim \exp\left(-\frac{U}{kT}\right),$$

где U – энергия активации; k – постоянная Больцмана; T – температура. Так как исходное состояние с вытянутыми зернами было получено методом волочения, то можно считать, что границы зерен имеют повышенную внутреннюю энергию, и следовательно энергия активации высокотемпературного фона ниже, чем для исходных границ, полученных в процессе отжига и закалки. Соответственно при одинаковых условиях деформации будут наблюдаться различные структурные эффекты. Для исходно наклепанных границ активация процессов рекристаллизации будет проходить при более низких температурных условиях, что и ведет к образованию рекристаллизованных зерен вдоль вытянутых границ.

Выводы

В данной работе показано, что использование исходного структурного состояния сплава Cu-0,6Cr с исходно напряженными вытянутыми границами зерен, позволяет уже

на 1 цикле реализовать процесс непрерывной динамической рекристаллизации. Размер рекристаллизованных зерен в образце после волочения меньше, чем в закаленном образце и составляет 4 мкм. Можно сказать, что за 1 цикл деформации формируется структура градиентного типа, состоящая из фрагментированных крупных зерен и прослоек рекристаллизованных зерен. Такой тип структуры может обеспечивать повышенную прочность материала за счет увеличения количества дефектов и структурного измельчения, так и хорошую пластичность материала. Ярким примером такого комплекса свойств являются результаты работы [24], в которой за 1 цикл РКУП с последующим формообразованием провода для сплава Cu-0,65Cr достигнуты прочность 560 МПа и пластичность 19%.

Благодарности / Acknowledgments

Исследования выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках проекта № 0838-2020-0006 «Фундаментальные исследования новых принципов создания перспективных электромеханических преобразователей энергии с характеристиками выше мирового уровня, с повышенной эффективностью и минимальными удельными показателями, с использованием новых высоко-эффективных электротехнических материалов».

This work was supported by the Ministry of Education of the Russian Federation, project No. 0838-2020-0006 Fundamental study of new principles for the creation of promising electromechanical energy converters with characteristics above the world level, with increased efficiency and minimum specific indicators, using new highly efficient electrotechnical materials.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Фаизов И. А., Рааб Г. И., Фаизова С., Аksenov Д. А., Зарипов Н. Г., Гундеров Д. В., Голубев О. В. Растворение частиц вторых фаз сплава системы Cu-Cr-Zr в условиях равноканального углового прессования // Вестник российских университетов. Математика. 2016. Т. 21, № 3. С. 1387–1391. DOI: 10.20310/1810-0198-2016-21-3-1387-1391.
2. Лещев И. В., Богатов А. А. Теоретические основы исследования процессов деформации заготовки без изменения формы и размеров // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Metallurgy. 2015. Т. 15, № 4. С. 98–107. DOI: 10.14529/met150413.
3. Лежнев С. Н., Волокитина И. Е., Курапов Г. Г., Кнапиньски М. Я. Исследование влияния криогенного охлаждения при равноканальном угловом прессовании на эволюцию микроструктуры меди // Обработка сплошных и слоистых материалов. 2015. № 2 (43). С. 5–9.
4. Евдокимова Ю. А. Изучение структуры и механических свойств материалов после равноканального углового прессования // Актуальные исследования. 2020. № 10(13). Ч. I. С. 71–75.
5. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: МИСИС, 2005. 430 с.
6. Хесснер Ф. Рекристаллизация металлических материалов / Пер. с англ. Ч. В. Копецкий. М.: Metallurgy, 1982. 352 с., ил.
7. Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J. J. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions // Progress in Materials Science. 2014. V. 60. P. 130–207. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2013.09.002.
8. Markushev M. V. On the methods of severe plastic deformation for bulk nanomaterials processing // Lett. Mater. 2011. V. 1, Iss. 1. P. 36–42. DOI:10.22226/2410-3535-2011-1-36-42.
9. Морозова А. И., Беяков А. Н. Влияние холодной прокатки на структуру и свойства низколегированной бронзы // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2016. Т. 21, № 3. С. 1176–1179. DOI: 10.20310/1810-0198-2016-21-3-1176-1179.
10. Сегал В. М., Резников В. И., Копылов В. И., Павлик Д. А., Малышев В. Ф. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск: Наука и техника, 1994. 232 с.
11. Kopylov V. I. Application of ECAP – technology for producing nano- and microcrystalline materials // Investigations and applications of severe plastic deformation. Dordrecht: Springer, 2000. P. 23–27. DOI: 10.1007/978-94-011-4062-1_3.
12. Wang K., Tao N. R., Liu G., Lu J., Lu K. Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale

in copper // *Acta Materialia*. 2006. V. 54, Iss. 19. P. 5281–5291. DOI: 10.1016/j.actamat.2006.07.013.

13. Худяков М. А. *Материаловедение: Учебное пособие*. Уфа: УГНТУ, 2006. 238 с.

14. Morozova A., Borodin E., Bratov V., Zhrebtsov S., Belyakov A., Kaibyshev R. Grain refinement kinetics in a low alloyed Cu–Cr–Zr alloy subjected to large strain deformation // *Materials*. 2017. V. 10, Iss. 12. Article number 1394. DOI: 10.3390/ma10121394.

15. Hansen N. Boundary strengthening in undeformed and deformed polycrystals // *Mater. Sci. Eng. A*. 2005. V. 409, Iss. 1–2. P. 39–45. DOI: 10.1016/j.msea.2005.04.061.

16. Осинцев О. Е., Федоров В. Н. *Медь и медные сплавы: отечественные и зарубежные марки/Справочник*. М.: Машиностроение, 2004. 336 с.

17. Petkovic R. A., Luton M. J., Jonas J. J. Recovery and recrystallization of polycrystalline copper after hot working // *Acta Metallurgica*. 1979. V. 27, Iss. 10. P. 1633–1648. DOI: 10.1016/0001-6160(79)90045-2.

18. Simon N. J., Drexler E. S., Reed R. P. Properties of copper and copper alloys at cryogenic temperatures. Final report (No. PB-92-172766/XAB; NIST/MONO-177) // National Inst. of Standards and Technology (MSEL). Boulder, CO (United States): Materials Reliability Div., 1992.

19. Aksenov D. A., Asfandiyarov R., Raab G. I., Isyandavletova G. B. Features of the physicomechanical behavior of UFG low-alloyed bronze Cu-1Cr-0.08 Zr

produced by severe plastic deformation // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2017. V. 179, No. 1. Article number 012001. DOI: 10.1088/1757-899X/179/1/012001.

20. Морозова А. И., Беляков А. Н., Кайбышев Р. О. Влияние температуры деформации на формирование ультрамелкозернистой структуры в термоупрочняемом Cu–Cr–Zr сплаве // *Физика металлов и материаловедение*. 2021. Т. 122, № 1. С. 67–73. DOI: 10.31857/S0015323021010083.

21. Morozova A., Lugovskaya A., Pilipenko A., Tkachev M., Raab G., Belyakov A., Kaibyshev R. Microstructure of a low alloyed Cu–Cr–Zr alloy after ECAP-Conform // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2014. V. 1014, No. 1. Article number 012029. DOI: 10.1088/1757-899X/1014/1/012029.

22. Shapoval B. I., Arzhavitsin V. M. *Mechanisms of high-temperature background of internal friction of metals: An overview*. Moscow: TSNIAtominform, 1988. 49 p.

23. Kul'kov V. G. Grain boundary contribution to the high-temperature background of internal friction in metals // *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*. 2022. V. 19, No. 3. P. 335–342. DOI: 10.25712/ASTU.1811-1416.2022.03.006.

24. Asfandiyarov R. N., Raab G. I., Aksenov D. A. Study of the Combined Severe Plastic Deformation Techniques Applied to Produce Contact Wire for High-Speed Railway Lines // *Metals*. 2020. V. 10, Iss. 11. Article number 1476. DOI: 10.3390/met10111476.