

УДК 669.3:621.762:620.18

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ МЕДИ ПРИ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВ МЕТОДОМ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ

Р. К. Исламгалиев¹, К. М. Нестеров², Р. З. Валиев³

¹saturn@mail.rb.ru, ²kmnesterov@mail.ru, ³valiev@mail.rb.ru

ФГБОУ ВПО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 30.07.2013

Аннотация. Изучены особенности структуры нанокристаллической меди, полученной методами криогенного размола и интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Особое внимание уделено механизмам роста зерен в нанокристаллической меди в процессе ИПДК. Установлено, что при больших степенях деформации в порошковой меди формируется равновесная нанокристаллическая структура со средним размером зерен ~ 100 нм и плотностью дислокаций $\sim 2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, которая является результатом динамического равновесия между процессами накопления дислокации и измельчения зеренной структуры, с одной стороны, и аннигиляции дислокаций и роста зерен, с другой стороны.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация; ультрамелкозернистые сплавы; нанокристаллическая медь, структура.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что для получения ультрамелкозернистых (УМЗ) материалов в последние годы часто используют методы интенсивной пластической деформации (ИПД), в основе которых лежит применение больших степеней деформации сдвига в условиях низких гомологических температур и высоких давлений [1, 2]. В частности, на примере ряда чистых металлов и сплавов было показано, что применение методов ИПД к монолитным крупнозернистым заготовкам ведет к сильному измельчению зеренной структуры до размеров менее 1 мкм [3], а также способствует формированию преимущественно высокоугловых границ зерен [4] в сочетании с высоким уровнем внутренних напряжений [5], а в случае обработки сплавов в них накладываются эффекты, связанные с фазовыми превращениями в условиях высоких давлений и больших деформаций сдвига [6]. На полученных УМЗ образцах было продемонстрировано, что измельчение зеренной структуры методами ИПД способствует повышению предела прочности и предела выносливости [4], а также ведет к проявлению эффекта высокоскоростной и низкотемпературной сверхпластичности [6].

В тоже время применение методов ИПД к монолитным крупнозернистым образцам имеет свои ограничения с точки зрения предельного измельчения зеренной структуры. В частности,

типичный средний размер зерна в чистых металлах (Cu, Ni, Ti) достигаемый в результате применения интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) имеет значения примерно 150 нм [7], а после обработки методом равноканального углового прессования достигает 300–400 нм [8].

Физической основой этих ограничений является накопление большой плотности дефектов кристаллической решетки в процессе ИПД, сужающей возможность для дальнейшего увеличения плотности дислокаций и, соответственно, развития механизма дислокационного скольжения, что проявляется, в частности, в существенном уменьшении стадии деформационного упрочнения до 1–2 % в процессе механических испытаний на растяжение металлических образцов, подвергнутых предельным степеням интенсивной пластической деформации [9].

Вместе с тем особый интерес представляет исследование структуры и механических свойств нанокристаллических материалов с размером зерен менее 50 нм, поскольку именно в этой области начинаются самые интересные эффекты, связанные с влиянием пространственного ограничения на процессы зарождения и перемещения дислокаций, которые приводят к тому, что наряду с дислокационным скольжением все большую роль начинают играть другие механизмы пластической деформации, такие

как двойникование и зернограничное проскальзывание.

Для решения задач, связанных с получением нанокристаллических материалов с размером зерен менее 100 нм, в последние годы был развит метод получения нанокристаллических структур внутри микронных порошков путем применения шарового размола в среде жидкого азота [10], который получил название криогенного размола. Было продемонстрировано, что применение криогенного размола способствует измельчению зеренной структуры до значений примерно 30–40 нм в различных металлах и сплавах. Вместе с тем до настоящего времени оставались еще проблемы с компактированием полученных порошков для получения монолитных образцов без остаточной пористости.

В тоже время имеются публикации [11], в которых на примере меди показана принципиальная возможность консолидации микронных порошков методами ИПД.

Вследствие этого целью настоящей работы было изучение возможностей нового подхода к получению нанокристаллических образцов, который заключается в применении метода криогенного размола для получения нанокристаллических структур в микронных порошках с последующей их консолидацией в монолитные нанокристаллические образцы методами ИПД.

Первые результаты, опубликованные в работе [12], показали перспективность этого подхода для получения материалов нового поколения, но в тоже время поставили ряд вопросов по оптимизации технологических режимов получения нанокристаллических образцов, которые в свою очередь требуют углубленного изучения их структуры. Учитывая также, что исходный размер зерен в порошках меди подвергнутых криогенному размолу не превышает 50 нм [12], особый интерес вызывает изучение эволюции структуры нанокристаллических образцов с увеличением степени деформации в процессе консолидации методом ИПД, поскольку при таких малых размерах зерен возникают пространственные ограничения для зарождения, движения и накопления дислокаций, способствующих дальнейшему измельчению зеренной структуры.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве исходного материала для исследований был использован микронный порошок меди, который подвергали шаровому размолу при пониженных температурах [10]. Для создания охлаждающей среды был использован жид-

кий азот. Размол производили в течение 8 ч с использованием стальных шаров, размер которых по отношению к среднему размеру порошков составлял примерно 30:1.

Консолидацию размолотых порошков выполняли в два этапа. На первом этапе проводили предварительное компактирование под давлениями 0.35 ГПа и 1.95 ГПа при комнатной температуре. На втором этапе предкомпакты подвергали консолидации методом ИПДК при комнатной температуре под давлением 6 ГПа при разном количестве оборотов, на образцах в форме диска с полированной поверхностью. После применения ИПДК образцы имели высоту 0.7 мм и диаметр 10 мм.

Измерения микротвердости по методу Виккерса проводили на установке Микромет 5101 вдоль диаметра ИПДК образцов под нагрузкой 200 г используя время выдержки 15 с.

Структурные исследования проводили на сканирующем электронном микроскопе JEM-6390 и просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100.

Оценку пористости предкомпактов проводили с использованием программы «Grain size», анализируя микрофотографии структуры, полученные в сканирующем электронном микроскопе. Для экспериментальной оценки плотности консолидированных образцов использовали метод Архимеда.

Рентгеноструктурный анализ был выполнен на дифрактометре Scintag XDS 2000 x-ray с использованием Cu K α излучения. Профили пиков были аппроксимированы функцией Pearson VII, и затем использованы для анализа уширения пиков для определения размера кристаллитов d и среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки ϵ по методу Вильямсона–Холла [13]. Оценка плотности дислокаций ρ

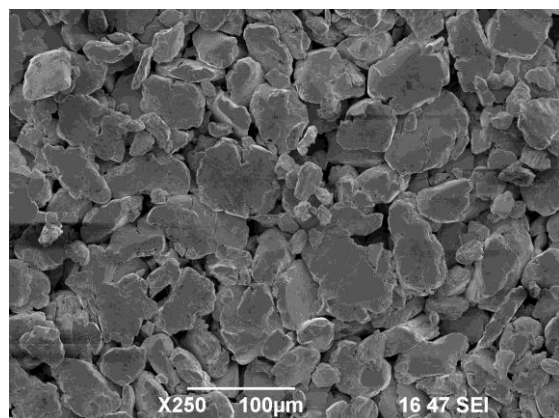
была проведена по уравнению $\rho = \frac{2\sqrt{3}\epsilon}{db}$ [14],

где d – размер кристаллитов, b – вектор Бюргерса.

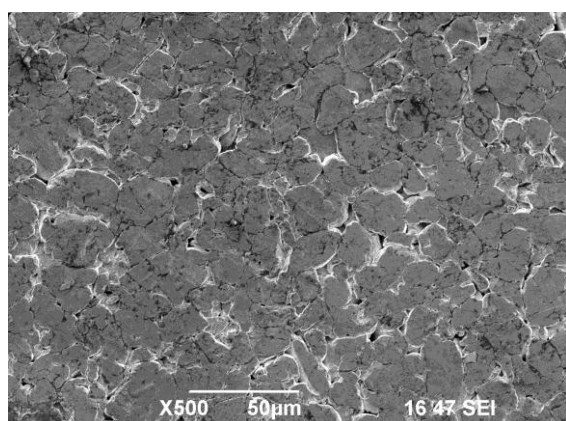
РЕЗУЛЬТАТЫ

Применение предварительного компактирования под давлением 0.35 ГПа при комнатной температуре привело к получению образцов в виде предкомпактов с достаточно большой объемной долей пор равной 0.64 (рис. 1, а). Повышение давления предварительного компактирования до 1.95 ГПа позволило снизить пористость до величины 0.24 (рис. 1, б). Средний размер порошинок в предкомпактах составил 37 мкм.

После применения ИПДК наблюдали значительное увеличение плотности образцов, значение которой незначительно зависело от расстояния до центра дисков. Например, на краю плотность ИПДК образцов имела значение 95.7 %, тогда как в центре она достигала величины 96.5 %.



а



б

Рис. 1. Изображение микронных порошков подвергнутых криогенному размолу и компактированию под давлением 0.35 ГПа (а) и 1.95 ГПа (б)

Очевидно, что для образования полностью плотных образцов путем консолидации микронных порошков методом ИПД, необходимо выполнение нескольких условий.

Во-первых, для полного прохождения процесса консолидации необходимо, чтобы в процессе ИПДК происходила пластическая деформация, ведущая к изменению первоначальной формы порошинок, с тем, чтобы образовывались плотно прилегающие границы между частицами порошка. Согласно существующим моделям [15], для консолидации порошков путем их пластической деформации необходимо, чтобы приложенное давление в несколько раз превосходило предел текучести материала. Экспериментальные данные свидетельствуют, что

предел текучести наноструктурных образцов чистой меди не превышает, как правило, 1000 МПа [16]. Принимая во внимание, что изменение формы порошинок наблюдалось уже после компактирования под давлением 1.95 ГПа (рис. 1, б), можно предположить, что давление 6 ГПа, использованное в настоящей работе в процессе ИПДК, должно было обеспечить необходимую пластическую деформацию порошинок.

Во-вторых, для получения монолитных образцов должна происходить диффузия атомов через границу между соседними порошинками ведущая к холодной сварке. Как известно, диффузионные процессы существенно зависят от температуры обработки нанокристаллических материалов [17]. Вследствие этого, казалось бы, консолидация при повышенных температурах должна повысить плотность нанокристаллических образцов [18], но, тем не менее, повышенные температуры часто ведут к неконтролируемому росту зерен. В частности, известно, что начало интенсивного роста зерен в ИПДК-образцах, полученных деформацией исходных заготовок крупнозернистой чистой меди, начинается с температуры 150°С [19]. Поэтому применение в настоящей работе ИПДК при температуре 150°С для консолидации порошков привело к повышению среднего размера зерен до 167 нм (рис. 2).

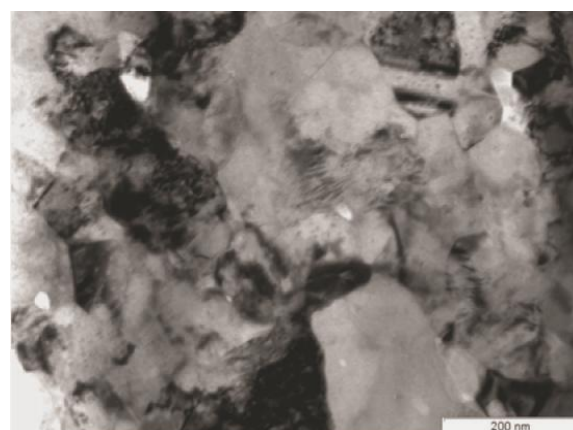


Рис. 2. Светлопольное изображение структуры после ИПДК при температуре 150°С, иллюстрирующее средний размер зерен 167 нм

В-третьих, неполная плотность является следствием большого количества границ зерен и тройных стыков, в которых расстояние между атомами существенно больше по сравнению с расстоянием между атомами в соседних зернах. Об этом косвенно свидетельствуют повышенные значения среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки, достигающие значений 0.1 % в нанокристаллических образцах

меди полученных методом ИПДК [20], которые преимущественно являются следствием смещения атомов из положения равновесия в границах зерен и тройных стыках. Если предположить, что ширина границ зерен равна 1 нм, а плотность вещества в границах на 20 % меньше по сравнению с плотностью в монокристаллах, то теоретические оценки показывают, что плотность нанокристаллических материалов со средним размером зерен 50 нм составляет примерно 98 % [21].

В-четвертых, на величину плотности консолидированных образцов оказывает влияние наличие оксидов на поверхности порошинок, которые неизбежно возникают при контакте порошков с окружающим воздухом. Учитывая, что плотность оксидов меди CuO и Cu_2O ($6,31 \text{ г/см}^3$ и $3,7 \text{ г/см}^3$ соответственно) значительно меньше, чем плотность чистой меди $8,93 \text{ г/см}^3$, можно предположить, что теоретическая плотность нанокристаллических образцов меди, полученных консолидацией порошков, имеет величину меньше, чем 98 %.

Эти значения теоретической плотности близки к экспериментальным оценкам, полученным методом Архимеда, свидетельствующим, что в нанокристаллических образцах чистых металлов (Ni , Fe) с размером зерен 65 и 30 нм соответственно, полученных компактированием под повышенным давлением 3 ГПа при комнатной температуре, плотность может достигать 97 % [22].

То есть полученная в настоящей работе плотность нанокристаллических образцов меди, подвергнутых криогенному размолу и последующей консолидации методом ИПД близка как к теоретическим оценкам, так и к экспериментальным данным, полученным на других металлах в условиях компактирования при повышенных давлениях.

Исследования фотографий микроструктуры, полученных в просвечивающем электронном микроскопе показали, что средний размер кристаллитов внутри микронных порошков, подвергнутых криогенному размолу, имел величину 46 нм (рис. 3, *a*). При этом на изображениях структуры часто встречались двойники деформации, доля которых среди всех границ зерен составляла 20 %.

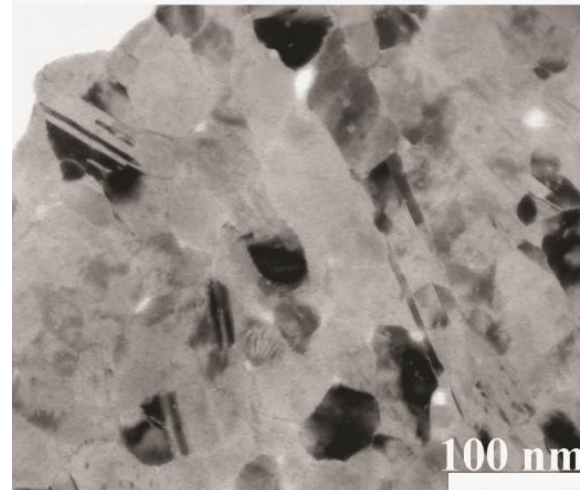
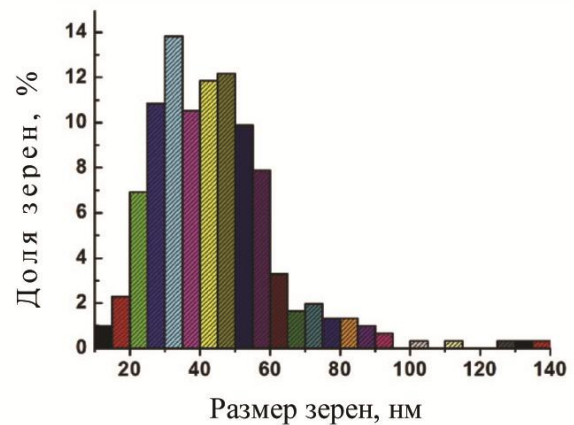
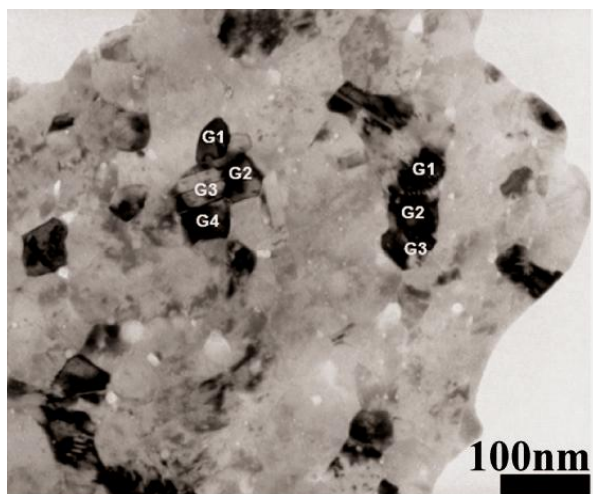
*a**б*

Рис. 3. Светлопольное изображение структуры микронных порошков, подвергнутых криогенному размолу – видны двойники деформации примерно на 20 % границ зерен (*a*); распределение по размерам зерен со средним значением 46 нм (*б*)

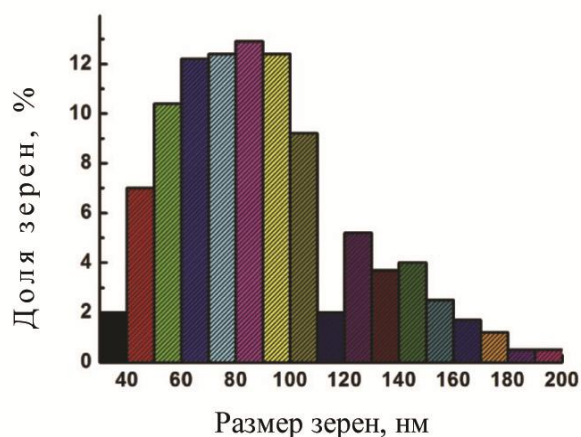
После применения интенсивной пластической деформации кручением средний размер зерен существенно изменился, достигнув значения 90 нм (рис. 4).

Более внимательное изучение структуры, показало, что большие зерна, встречающиеся на изображениях структуры (рис. 4, *a*), состоят, как правило, из нескольких субзерен, которые по своим размерам совпадают с размерами зерен в предкомпактах до применения ИПДК (рис. 3, *a*). Кроме этого, из рис. 5 видно, что средний размер отдельно стоящих зерен в ИПДК образцах составляет 48 нм, то есть почти равен среднему размеру зерен в порошках, подвергнутых криогенному размолу. Близкие значения среднего размера всех трех составляющих, а именно – размера кристаллитов в порошках, подвергнутых криогенному размолу, размера субзерен в образцах подвергнутых ИПДК, а также размера

отдельно стоящих зерен в ИПДК-образцах свидетельствует о том, что причиной роста зерен явилась не миграция границ зерен в результате динамической рекристаллизации, а коалесценция зерен вследствие совпадения ориентации соседних кристаллитов при их вращении в процессе консолидации методом ИПДК.



a



б

Рис. 4. Светлопольное изображение структуры после ИПДК при температуре 20°C, большие зерна обозначенные через G1, G2, G3 состоят из нескольких субзерен (*a*); гистограмма распределения по размерам зерен свидетельствующая об увеличении среднего значения до 90 нм (*б*)

Здесь можно отметить, что вращение зерен и их коалесценция в процессе пластической деформации уже наблюдались в результате прямых наблюдений изменений в структуре в колонне микроскопа [23, 24]. В процессе множественного вращения соседних зерен происходит уменьшение разориентации границ зерен вплоть до полного совпадения их ориентаций.

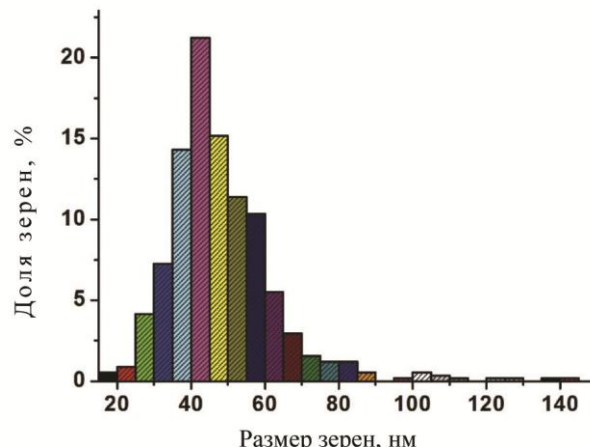


Рис. 5. Распределение по размерам отдельно стоящих зерен (которые не вращались вместе) в ИПДК образцах, а также субзерен, которые объединились вместе в одно зерно большего размера

Вместе с тем в структуре сконсолидированного образца, кроме больших зерен, состоящих из нескольких субзерен, встречаются также равноосные зерна, размер и морфология которых совпадают с таковыми для зерен в предкомпактах. Это наблюдение свидетельствует, что не все нанозерна участвуют в коалесценции в процессе ИПДК.

Более того, в структуре консолидированных образцов были выявлены отдельные крупные зерна, внутри которых субзеренная структура отсутствовала в результате полного совпадения их разориентаций. Это свидетельствовало о неоднородности процесса вращения зерен и их коалесценции.

В литературе имеются экспериментальные наблюдения двух различных механизмов роста зерен. В первом случае, для образцов с размером зерен 10–20 нм наблюдали вращение и коалесценцию зерен [23, 24]. Во втором случае сообщалось о миграции границ для зерен с размером более 100 нм [25, 26].

Таким образом, приведенные выше результаты, позволяют выделить три области размеров границ зерен, в которых наблюдаются различные механизмы роста зерен. В первой области с размером зерен менее 50 нм рост зерен происходит вследствие вращения и коалесценции границ. Во второй области размеров зерен 50–100 нм действуют оба механизма, тогда как в третьей области с размерами зерен более 100 нм доминирующим является механизм, связанный с миграцией границ.

Такое различие в механизмах роста зерен вызвано, очевидно, наличием пространственных ограничений для зарождения и движения дислокаций в нанокристаллах с размером зерен ме-

нее 50 нм, а также с сильным ростом зернограничной диффузии с уменьшением размера зерна. Вследствие этого при воздействии ИПДК на нанокристаллы с размером зерен менее 50 нм, можно ожидать значительного снижения роли дислокационного скольжения и возрастания роли зернограничного проскальзывания, ведущего к развороту и вращению нанокристаллов, результатом которого является их коалесценция с образованием более крупных зерен, состоящих из нескольких субзерен.

Для изучения зависимости особенностей структуры от степени деформации были проведены также исследования среднего размера кристаллитов и плотности дислокаций в зависимости от количества оборотов использованных в методе ИПДК (табл. 1, рис. 6). Анализ полученных результатов показал, что исходные микронные порошки имеют невысокую плотность дислокаций $2,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Применение к ним метода ИПДК привело к уменьшению среднего размера зерна, которое после 30 оборотов снизилось до 100 нм. Вместе с тем плотность дислокаций в этих образцах значительно увеличилась, начиная с 10 оборотов ИПДК. С дальнейшим увеличением количества оборотов плотность дислокаций плавно снизилась до значения $1,8 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Здесь нужно отметить, что в литературе уже отмечалась тенденция к росту плотности дислокаций на начальных стадиях ИПД с последующим снижением и стабилизацией

вблизи определенных значений [27]. Обычно эволюция структуры начинается с накопления плотности дислокаций с дальнейшей их рекомбинацией и перераспределением с образованием ячеек и субзерен с малоугловыми границами. С увеличением степени деформации границы ячеек и субзерен трансформируются в большеугловые границы путем движения решеточных дислокаций к границам ячеек и субзерен [28], что приводит к небольшому уменьшению плотности дислокаций с формированием ультрамелкозернистой структуры.

После криогенного размолы порошки имели более высокую плотность дислокаций $6,0 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, поскольку размол при низких температурах в среде жидкого азота сдерживал развитие процессов возврата [10]. Применение ИПДК для консолидации размолотых порошков привело к началу роста зерен даже после одного оборота. С дальнейшим увеличением количества оборотов размер кристаллитов непрерывно увеличивался с достижением стабильного значения 100 нм (рис. 6). Как было отмечено выше, рост зерен происходил путем коалесценции зерен, которые вращались в процессе деформации.

Плотность дислокаций непрерывно уменьшалась с увеличением степени деформации в процессе ИПДК (табл. 1, рис. 6), достигнув величины $2,0 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ после 5 оборотов и сохраняя эти значения с дальнейшим увеличением количества оборотов.

Таблица 1

Средний размер кристаллитов и плотность дислокаций в порошках меди, подвергнутых консолидации методом ИПДК при различном количестве оборотов

Образец	Средний размер кристаллитов, нм	Плотность дислокаций, м^{-2}
Неразмолотые порошки	крупнозернистый	$2,3 \times 10^{14}$
ИПДК, $N = 10$	226	$2,2 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 20$	108	$1,8 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 30$	101	$1,8 \times 10^{15}$
Размолотые порошки	46	$6,0 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 1$	53	$3,5 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 5$	72	$2,0 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 10$	84	$2,0 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 20$	103	$2,0 \times 10^{15}$
ИПДК, $N = 30$	105	$1,9 \times 10^{15}$

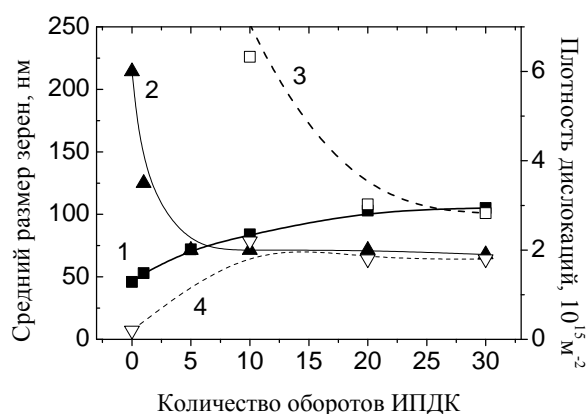


Рис. 6. Средний размер зерен (1, 3) и плотность дислокаций (2, 4) как функция количества оборотов в методе ИПДК для размолотых (1, 2) и неразмолотых (3, 4) порошков

Экспериментально наблюдаемые зависимости среднего размера кристаллитов и плотности дислокаций от степени деформации можно просуммировать следующим образом. В процессе ИПДК неразмолотых порошков средний размер кристаллитов уменьшается, тогда как плотность дислокаций увеличивается до достижения насыщения. Вместе с тем ИПДК размолотых порошков увеличивает средний размер кристаллитов и уменьшает плотность дислокаций до достижения стабильных значений. Равновесные значения среднего размера зерна и плотности дислокаций очень близки для после ИПДК как размолотых, так и неразмолотых порошков.

Эти результаты свидетельствуют, что использование одного и того же материала с различным исходным средним размером зерна и плотностью дислокаций ведет в процессе ИПДК к очень близкой равновесной структуре.

В частности, в процессе ИПДК неразмолотых порошков, имеющих малую плотность дислокаций и большой размер зерен, доминирующими процессами являются накопление дислокаций и измельчение зеренной структуры, которые продолжают до тех пор, пока не начинается динамическая рекристаллизация, ведущая к аннигиляции дислокаций и росту зерен с последующим достижением равновесной структуры, характеризующейся средним размером зерен ~ 100 нм и плотностью дислокаций $\sim 2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$.

Для сравнения, при ИПДК криогенно размолотых порошков, изначально имеющих высокую плотность дислокаций и малый размер зерен, основными процессами являются снижение плотности дислокаций и рост зерен путем коалесценции, происходящей в результате слияния

разориентировок соседних нанокристаллов при их развороте и вращении. При достижении определенного размера зерна эти процессы уравниваются с процессами накопления дислокаций и измельчения зеренной структуры в методе ИПДК, что также ведет к установлению равновесной структуры, характеризующейся средним размером зерен и плотностью дислокаций, лежащими вблизи значений 100 нм и $2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ соответственно.

ВЫВОДЫ

Результаты проведенных исследований свидетельствуют, что в больших степенях ИПДК в порошковой меди формируется равновесная нанокристаллическая структура со средним размером зерен ~ 100 нм и плотностью дислокаций $\sim 2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, которая является результатом динамического равновесия между процессами накопления дислокации и измельчения зеренной структуры, с одной стороны, а также аннигиляции дислокаций и роста зерен, с другой стороны. При этом можно выделить три области, в которых наблюдаются различия в механизмах роста зерен в процессе интенсивной пластической деформации. В первой области размеров менее 50 нм рост зерен происходит в результате коалесценции соседних зерен вследствие совпадения их разориентаций при вращении зерен в процессе деформации. Во второй области размеров 50–100 нм добавляется второй механизм, связанный с миграцией границ в результате наличия в образцах больших внутренних напряжений, а также вследствие нагрева, возникающего в процессе ИПДК. В третьей области размеров более 100 нм, действует механизм, связанный с миграцией границ, который является доминирующим.

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследования, представленные в настоящей работе, были проведены при поддержке государственного контракта № 11.519.11.3009 в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007–2013 годы».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Valiev R. Z. Nanostructuring of metallic materials by SPD processing for advanced properties // *Int. J. Mat. Res.* 2009. V. 100 (6). P. 757–761.
2. Beygelzimer Y., Valiev R. Z., Varyukhin V. Simple shear: double-stage deformation // *Materials Science Forum.* 2011. V. 667–669. P. 97–102.
3. Нестеров К. М., Исламгалиев Р. К., Валиев Р. З. Прочность и электропроводность ультрамелкозернистого

медного сплава // Вестник УГАТУ. 2011. Т. 16, № 8 (53). С. 110–120.

4. Юнусова Н. Ф., Исламгалиев Р. К., Валиев Р. З. Высокоскоростная сверхпластичность в алюминиевых сплавах 1420 и 1421, подвергнутых равноканальному угловому прессованию // Металлы. 2004. Т. 2. С. 21–27.

5. Nurislamova G., Sauvage X., Murashkin M., Islamgaliev R., Valiev R. Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation // Phil. Mag. Lett. 2008. V. 88 (6). P. 459–466.

6. Kulyasova O., Islamgaliev R. K., Mingler B., Zehetbauer M. Microstructure and fatigue properties of the ultrafine-grained AM60 magnesium alloy processed by ECAP // Mat. Sci. Eng. A. 2009. V. 503. P. 176–180.

7. Islamgaliev R. K., Kazhyhanov V. U., Shestakova L. O., Sharafutdinov A. V., Valiev R. Z. Microstructure and mechanical properties of titanium Grade 4 processed by high pressure torsion // Mat. Sci. Eng. A. 2008. V. 493. P. 190–194.

8. Islamgaliev R. K., Yunusova N. F., Nikitina M. A., Nesterov K. M. The effect of alloying elements on superplasticity in an ultrafine-grained aluminum alloy // Reviews on Advanced Materials Science. 2010. V. 25 (3). P. 241–248.

9. Wang Y. M., Ma E. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal // Acta Mater. 2004. V. 52. P. 1699–1709.

10. Witkin D., Lavernia E. Synthesis and mechanical behavior of nanostructured materials via cryomilling // Progress in Materials Science. 2006. V. 51. P. 1–60.

11. Alexandrov I. V., Zhu Y., Lowe T., Islamgaliev R. K., Valiev R. Z. Microstructures and properties of nanocomposites obtained through SPD-consolidation of powders // Metallurgica and Materials Transactions A. 1998. V. 29. P. 2253–2260.

12. Wen H., Zhao Y., Li Y., Ertorer O., Nesterov K. M., Islamgaliev R. K., Valiev R. Z., Lavernia E. J. High-pressure torsion-induced grain growth and detwinning in cryomilled Cu powders // Phil. Mag. 2010. V. 90 (34). P. 4541–4546.

13. Williamson G. K., Hall W. H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram // Acta Metall. 1953. V. 1. P. 22–31.

14. Williamson G. K., Smallman R. E. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum // Philos. Mag. 1956. V. 1. P. 34–36.

15. Shaik G. R., Milligan W. W. Consolidation of nanostructured metal powders by rapid forging: processing, modeling, and subsequent mechanical behavior // Met. Mater. Trans. A. 1997. V. 28. P. 895–904.

16. Dao M., Lu L., Chen Y. F., Suresh S. Strength, strain-rate sensitivity and ductility of copper with nanoscale twins // Acta Mater. 2006. V. 54. P. 5421–5432

17. Колобов Ю. П., Валиев Р. З. Зернограницная диффузия и свойства наноструктурных материалов // Новосибирск: Наука, 2001. 232 с.

18. Groza J. R. Nanocrystalline powder consolidation methods // In: Nanostructured Materials, Noyes Publications (2nd Ed.). 2007. P. 173–233.

19. Islamgaliev R. K., Chmelik F., Kuzel R. Thermal stability of submicron grained copper and nickel // Mat. Sci. Eng. A. 1997. V. 237. P. 43–51.

20. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // Prog. Mat. Sci. 2000. V. 45. P. 103–189.

21. Groza J. R., Dowding R. Nanoparticulate materials densification // Nanostructured materials. 1997. V. 8. P. 749–768.

22. Gutmanas E. Y., Trusov L. I., Gotman I. Consolidation, microstructure and mechanical properties of nanocrystalline metal powders // Nanostructured Materials. 1994. V. 8. P. 893–901.

23. Shan Z. W., Stach E. A., Wiezorek J. M. K., Knapp J. A., Follstaedt D. M., Mao S. X. Grain boundary mediated plasticity in nanocrystalline nickel // Science. 2004. V. 305. P. 654–657.

24. Wang Y. B., Li B. Q., Sui M. L., Mao S. X. Deformation-induced grain rotation and growth in nanocrystalline Ni // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 92. P. 011903.

25. Jin M., Minor A. M., Stach E. A., Morris J. W. Direct observation of deformation induced grain growth during the nanoindentation of ultrafine-grained Al at room temperature // Acta Mater. 2004. V. 52. P. 5381–5387.

26. Legros M., Gianola D. S., Hemker K. J. In situ TEM observations of fast grain boundary motion in stressed nanocrystalline aluminum films // Acta Mater. 2008. V. 56. P. 3380–3393.

27. Dalla Torre F., Lapovok R., Sandlin J., Thomson P. F., Davies C. H. J., Pereloma E. V. Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes // Acta Mater. 2004. V. 52. P. 4819–4832.

28. Yamashita A., Yamaguchi D., Horita Z., Langdon T. G. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing // Mater. Sci. Eng. A. 2000. V. 287. P. 100–106.

ОБ АВТОРАХ

ИСЛАМГАЛИЕВ Ринат Кадыханович, проф. каф. нанотехнологий, зам. дир. ИФПМ. Дипл. физик (БГУ, 1980). Д-р физ.-мат. наук (ИФМК УНЦ РАН, 1999). Иссл. в обл. структуры и свойств наноматериалов.

НЕСТЕРОВ Константин Михайлович, асп. ИФПМ. Дипл. инж.-мех. (УГАТУ, 1998). Готовит дис. в обл. прочности и электропроводности медных сплавов.

ВАЛИЕВ Руслан Зуфарович, зав. каф. нанотехнологий, директор ИФПМ. Дипл. инж.-металлург (УПИ, 1971). Д-р физ.-мат. наук (ИПМ АН УССР, 1984). Чл.-кор. АН РБ. Иссл. в обл. объемн. наноматериалов.

METADATA

Title: Structure evolution in copper during powders consolidation by high pressure torsion.

Authors: R. K. Islamgaliev¹, K. M. Nesterov² and R. Z. Valiev³.

Affiliation: Ufa State Aviation Technical University (USATU), Russia.

Email: saturn@mail.rb.ru, kmnesterov@mail.ru, rzvaliev@mail.rb.ru.

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 17, no. 4 (57), pp. 81–89, 2013. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: The structure peculiarities of nanocrystalline copper produced by cryogenic milling and high pressure torsion (HPT) were studied. Special attention was paid to mechanisms of grain growth in nanocrystalline copper during HPT. It was established that at high strain degrees equiaxed nanocrystalline structure with the average size about 100 nm and dislocation density in powder copper $\sim 2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ forms in powder copper, which is the result of dynamic equilibrium between the processes of disloca-

tion pile-up and refinement of grain structure on the one hand, and annihilation of dislocations and grain growth on the other hand.

Key words: severe plastic deformation; ultrafine-grained materials; nanocrystalline copper; structure.

References (English transliteration):

1. R. Z. Valiev, "Nanostructuring of metallic materials by SPD processing for advanced properties," *Int. J. Mat. Res.*, vol. 100 (6), pp. 757-761, 2009.
2. Y. Beygelzimer, R. Z. Valiev, and V. Varyukhin, "Simple shear: double-stage deformation," *Materials Science Forum*, vol. 667-669, pp. 97-102, 2011.
3. K. M. Nesterov, R. K. Islamgaliev, and R. Z. Valiev, "Strength and electrical conductivity of ultrafine-grained copper alloy," (in Russian), *Vestnik UGATU*, vol. 16, no. 8 (53), pp. 110-120, 2011.
4. N. F. Yunusova, R. K. Islamgaliev, and R. Z. Valiev, "High strain rate superplasticity in aluminum alloys 1420 and 1421 subjected to equal channel angular pressing," (in Russian), *Metally*, vol. 2, pp. 21-27, 2004.
5. G. Nurislamova, X. Sauvage, M. Murashkin, R. Islamgaliev, and R. Valiev, "Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation," *Phil. Mag. Lett.*, vol. 88 (6), pp. 459-466, 2008.
6. O. Kulyasova, R. K. Islamgaliev, B. Mingler, and M. Zehetbauer, "Microstructure and fatigue properties of the ultrafine-grained AM60 magnesium alloy processed by ECAP," *Mat. Sci. Eng. A.*, vol. 503, pp. 176-180, 2009.
7. R. K. Islamgaliev, V. U. Kazyhanov, L. O. Shestakova, A. V. Sharafutdinov, and R. Z. Valiev, "Microstructure and mechanical properties of titanium Grade 4 processed by high pressure torsion," *Mat. Sci. Eng. A.*, vol. 493, pp. 190-194, 2008.
8. R. K. Islamgaliev, N. F. Yunusova, M. A. Nikitina, and K. M. Nesterov, "The effect of alloying elements on superplasticity in an ultrafine-grained aluminum alloy," *Reviews on Advanced Materials Science*, vol. 25 (3), pp. 241-248, 2010.
9. Y. M. Wang and E. Ma, "Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal," *Acta Mater.*, vol. 52, pp. 1699-1709, 2004.
10. D. Witkin and E. Lavernia, "Synthesis and mechanical behavior of nanostructured materials via cryomilling," *Progress in Materials Science*, vol. 51, pp. 1-60, 2006.
11. I. V. Alexandrov, Y. Zhu, T. Lowe, R. K. Islamgaliev, and R. Z. Valiev, "Microstructures and properties of nanocomposites obtained through SPD-consolidation of powders," *Metallurgica and Materials Transactions A*, vol. 29, pp. 2253-2260, 1998.
12. H. Wen, Y. Zhao, Y. Li, O. Ertorer, K. M. Nesterov, R. K. Islamgaliev, R. Z. Valiev, and E. J. Lavernia, "High-pressure torsion-induced grain growth and detwinning in cryomilled Cu powders," *Phil. Mag.*, vol. 90 (34), pp. 4541-4546, 2010.
13. G. K. Williamson and W. H. Hall, "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram," *Acta Metall.*, vol. 1, pp. 22-31, 1953.
14. G. K. Williamson and R. E. Smallman, "Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum," *Philos. Mag.*, vol. 1, pp. 34-36, 1956.
15. G. R. Shaik and W. W. Milligan, "Consolidation of nanostructured metal powders by rapid forging: processing, modeling, and subsequent mechanical behavior," *Met. Mater. Trans. A*, vol. 28, pp. 895-904, 1997.
16. M. Dao, L. Lu, Y. F. Chen, and S. Suresh, "Strength, strain-rate sensitivity and ductility of copper with nanoscale twins," *Acta Mater.*, vol. 54, pp. 5421-5432, 2006.
17. Yu. R. Kolobov and R. Z. Valiev, *Grain boundary diffusion and properties of nanostructured materials*, (in Russian). Novosibirsk, Russia: Nauka, 2001.
18. J. R. Groza, "Nanocrystalline powder consolidation methods," in *Nanostructured Materials*, pp. 173-233. Noyes Publications (2nd Ed.), 2007.
19. R. K. Islamgaliev, F. Chmelik, and R. Kuzel, "Thermal stability of submicron grained copper and nickel," *Mat. Sci. Eng. A*, vol. 237, pp. 43-51, 1997.
20. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, and I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation," *Prog. Mat. Sci.*, vol. 45, pp. 103-189, 2000.
21. J. R. Groza and R. Dowding, "Nanoparticulate materials densification," *Nanostructured Materials*, vol. 8, pp. 749-768, 1997.
22. E. Y. Gutmanas, L. I. Trusov, and I. Gotman, "Consolidation, microstructure and mechanical properties of nanocrystalline metal powders," *Nanostructured Materials*, vol. 8, pp. 893-901, 1994.
23. Z. W. Shan, E. A. Stach, J. M. K. Wiezorek, J. A. Knapp, D. M. Follstaedt, and S. X. Mao, "Grain boundary mediated plasticity in nanocrystalline nickel," *Science*, vol. 305, pp. 654-657, 2004.
24. Y. B. Wang, B. Q. Li, M. L. Sui, and S. X. Mao, "Deformation-induced grain rotation and growth in nanocrystalline Ni," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, pp. 011903, 2008.
25. M. Jin, A. M. Minor, E. A. Stach, and J. W. Morris, "Direct observation of deformation induced grain growth during the nanoindentation of ultrafine-grained Al at room temperature," *Acta Mater.*, vol. 52, pp. 5381-5387, 2004.
26. M. Legros, D. S. Gianola, and K. J. Hemker, "In situ TEM observations of fast grain boundary motion in stressed nanocrystalline aluminum films," *Acta Mater.*, vol. 56, pp. 3380-3393, 2008.
27. F. Dalla Torre, R. Lapovok, J. Sandlin, P. F. Thomson, C. H. J. Davies, and E. V. Pereloma, "Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1-16 passes," *Acta Mater.*, vol. 52, pp. 4819-4832, 2004.
28. A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita, and T. G. Langdon, "Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 287, pp. 100-106, 2000.

About authors:

ISLAMGALIEV, Rinat Kadyhanovich, Prof., Dept. of Nanotechnology. Dipl. Physicist (Bashkort State University, 1980), Dr. of Phys.-Math. Sci. (IPMC RAS, 1999).

NESTEROV, Konsrantin Mikhailovich, Postgrad. (PhD) Student, Dept. of Nanotechnology. Master of Technics & Technology (UGATU, 1998).

VALIEV, Ruslan Zufarovich, Head of Nanotechnology Department, Director IPAM, Dipl. Metallurgist (UPI, 1971). Dr. of Phys.-Math. Sci. (IPM UAS, 1984).