

**Structural changes in the Cu-Ni-Si system alloy after ECAP
at different temperatures**

**Структурные изменения в сплаве системы Cu-Ni-Si после РКУП
при разной температуре**

D. A. Aksenov^{1a}, G. I. Raab², R. N. Asfandiyarov¹, Peiqing La³, Xuyuan Zhou³
Д. А. Аксенов^{1а}, Г. И. Рааб², Р. Н. Асфандияров¹, Пейкин Ла³, Сюэюань Чжоу³

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

² Nosov Magnitogorsk State Technical University, prosp. Lenina 38, Magnitogorsk, 455000, Russia

³ Lanzhou University of Technology, 36 Pengjiaping Road, Qilihe District, Lanzhou, Gansu, P.R. China

^a AksyonovDA@mail.ru

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

² Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова, Россия, 455000, Магнитогорск, пр. Ленина, 38

³ Ланьчжоуский университет технологий, КНР, Ланьчжоу, Китайская Народная Республика

^a AksyonovDA@mail.ru

ABSTRACT

The alloy of the Cu-Ni-Si system has good heat resistance, strength and satisfactory electrical conductivity. Therefore, the study of structural and phase changes in this system of alloys under SPD conditions is of particular interest.

In this work, we study the effect of room temperature and elevated (300 °C) ECAP temperatures on structural changes and physical and mechanical properties of the Cu-1.85Ni-0.68Si alloy. It was found that an increase in the temperature of deformation processing of this alloy does not lead to qualitative changes in the structure as compared with room temperature. In both cases, a structure elongated in the direction of shear action is formed with an average grain size of $30 \pm 2 \mu\text{m}$. The nature of post-deformation aging for both ECAP modes also does not change. In this case, a significant increase in strength by $\sim 290 \text{ MPa}$ is observed, which is a significant value for dispersion-hardened copper alloys. The conductivity value for both ECAP modes after aging is $37 \pm 2\%$ IACS. It is important to note that ECAP provides a sufficiently high plasticity (elongation) of the material $-16 \pm 1\%$. Thus, deformation at elevated temperatures will not only reduce the load on the tool, but will also allow achieving a high complex of physical and mechanical properties.

KEYWORDS

Copper alloys; ECAP; electrical conductivity; precipitation hardening; strength.

АННОТАЦИЯ

Сплав системы Cu-Ni-Si обладает хорошей жаростойкостью, прочностью и удовлетворительной электропроводностью. Поэтому исследование структурных и фазовых изменений в данной системе сплавов в условиях интенсивной пластической деформации (ИПД) представляет особый интерес.

Проведено исследование влияния комнатной и повышенной (300 °C) температуры равноканального углового прессования (РКУП) на структурные изменения и физико-механические свойства сплава Cu-1,85Ni-0,68Si. Установлено, что повышение температуры деформационной обработки данного сплава не ведет к качественным изменениям структуры по сравнению с комнатной температурой. В обоих случаях формируется вытянутая в направлении действия сдвига структура со средним размером зерна $30 \pm 2 \text{ мкм}$. Характер постдеформационного старения для обоих режимов РКУП также не изменяется. При этом наблюдается существенный прирост прочности на $\sim 290 \text{ МПа}$, что является существенной величиной для диспер-

сионно-упрочняемых медных сплавов. Значение электропроводности для обоих режимов РКУП после старения составляет $37 \pm 2\%$ IACS. Важно отметить, что РКУП обеспечивает достаточно высокую пластичность (относительное удлинение) материала $-16 \pm 1\%$. Таким образом деформация при повышенной температуре не только позволит снизить нагрузку на инструмент, но и позволит добиться высокого комплекса физико-механических свойств.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Медные сплавы; РКУП; электропроводность; дисперсионное упрочнение; прочность.

Введение

Сплавы системы Cu-Ni-Si, благодаря своей способности к деформационному и дисперсионному упрочнению, жаростойкости и достаточно высокой электропроводности, представляют большой интерес для производства электротехнических изделий. Они пришли на замену сплавам системы Cu-Be, от которых в виду токсичности бериллия отказались. Никель и кремний хорошо растворяются в медной матрице, образуя твердый раствор (ТР). Несмотря на многообразие возможных упрочняющих фаз на основе Ni и Si (δ -Ni₂Si, β -Ni₃Si, γ -Ni₃Si₂), исследователи сходятся в том, что в упрочнении основную роль играет δ -Ni₂Si фаза, так как обладает наивысшей структурной стабильностью [1–6].

В различных работах исследуются сплавы различных составов. Легирование никелем варьируется от 2 до 8%, при этом методы деформационной обработки также используются различные, начиная от холодной [3] и сложной комбинированной термомеханической обработки [7–9] со степенями обжатия от 40 до 80%, заканчивая ИПД [10, 11], поэтому говорить об общих тенденциях упрочнения в зависимости от вида обработки и степенях деформации очень сложно. Так, в работе [7] легирование никелем составило 8% вес., а кремнием 1,8% вес. Холодная прокатка до 60% с последующим старением при 500 °С в течении всего получаса позволила получить предел прочности в 1180 МПа, однако при этом материал обладает достаточно низкой пластичностью, всего 2,75%. Электропроводность не превышает 26,5% IACS даже после 2 часов старения при температуре 500 °С. Однако авторы считают это достаточными результатами для применения материала, как замена сплава Cu-Be при производстве

электротехнических изделий. В работе [9] использовали сложную схему термомеханической обработки. В начале был произведен гомогенизационный отжиг при температуре 940 °С в течении 4 часов, после проведена горячая прокатка при 850 °С на 80%, затем закалка на твердый раствор при температуре 970 °С с выдержкой 6 часов, после прокатка на 50% и окончательное старение при 450 °С в течении 1 часа. Таким образом, авторам удалось достичь предела прочности 1090 МПа при уровне электропроводности 26,5% IACS.

Известно, методы ИПД позволяют в значительной мере повысить прочностные характеристики материалов, в первую очередь за счет существенного измельчения структурных состояний [10]. В работе [11] для получения ультрамелкозернистого состояния сплава Cu-3Ni-1Si-Mg использовался метод ротационного обжатия. Таким образом, авторам удалось получить структуру с размерами фрагментов до 200 нм. При этом предел прочности не превышал 1000 МПа. Старение при 450 °С в течение 1 часа позволило достичь электропроводности 35% IACS, однако для достижения более высокого значения электропроводности до 45% IACS время старения может достигать 100 часов. Из всех известных методов можно также выделить равноканальное угловое прессование (РКУП), так как оно позволяет накапливать степень деформации при сохранении геометрии заготовки. Результаты по РКУП сплава представлены в статье японских коллег [12]. На сплаве системы Cu-2%Ni-0,5%Si-0,1Mg после РКУП с последующим старением при 325 °С в течении 25 часов был получен предел прочности 600 МПа и пластичность 7%. Электропроводность сплава составила 33% IACS.

Одной из особенностей данного материала является его высокий уровень температурной стабильности. Поэтому данная работа представляет особый интерес в изучении возможности обработки сплава системы Cu-Si-Ni методом РКУП при температуре выше комнатной.

1. Метод, материал и методики исследования

В качестве материала исследования был выбран сплав Cu-1,85Ni-0,68Si. Исследуемые образцы предварительно были термообработаны при 1000 °С в течении 1 часа и затем закалены в воду. Данное состояние было принято за исходное.

Деформация образцов $d = 10$ мм методом РКУП (угол пересечения каналов 120°, количество циклов $n = 1$) на уникальной установке РКУП-20 (УГАТУ) проводилась по двум режимам:

- 1) при комнатной температуре;
- 2) при температуре 300 °С.

Структура образцов исследовалась при помощи оптического микроскопа Olympus GX51.

Измерения микротвердости были проведены на готовых шлифах на микротвердомере Micromet 5101. Алмазный индентор в виде четырехгранной пирамиды с квадратным основанием под нагрузкой 100 г опускали на шлиф и выдерживали 10 сек.

Механические испытания проводились при комнатной температуре и на универсальной разрывной машине Instron 8862, при скорости деформации 10^{-1}с^{-1} . Для испытаний на растяжение использовались пропорциональные цилиндрические образцы типа IV по ГОСТ 1497-84, ГОСТ 9651-84. Диаметр рабочей части составлял 3 мм с начальной расчетной длиной 15 мм.

Измерение удельной электропроводности проводилось вихретоковым прибором для определения удельной электропроводности цветных металлов и сплавов ВЭ-27НЦ.

2. Результаты исследования и их обсуждение

В исходном состоянии образец имел крупнозернистую структуру со средним размером зерна 60 ± 5 мкм. При этом наблюдаются многочисленные двойники роста (рис. 1).

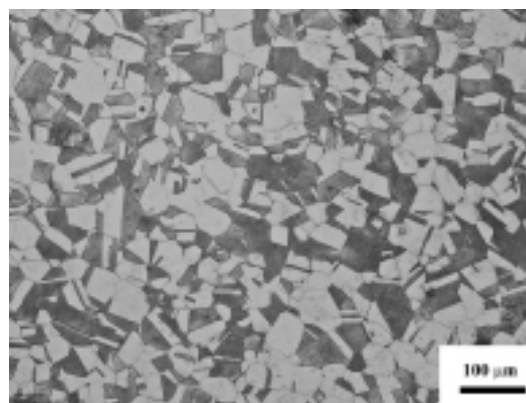
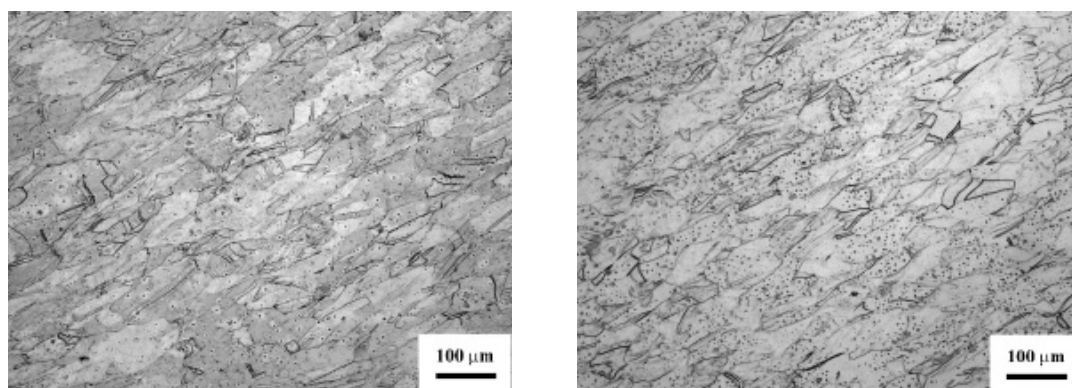


Рис. 1. Структура сплава Cu-1,85Ni-0,68Si после закалки

Fig. 1. Cu-1.85Ni-0.68Si alloy structure after quenching

В состоянии пересыщенного ТР электропроводность материала составляла $19 \pm 2\%$. При этом временное сопротивление разрушению материала достигала значения 290 ± 10 МПа.

После деформации по режимам 1 и 2 структура имеет вытянутый характер. Средний размер зерна для обоих состояний составляет 30 ± 2 мкм, коэффициент вытянутости формы $k = 1:3$ (рис. 2). Наблюдается фрагментация исходных двойников отжига в обоих состояниях. Физико-механические характеристики представлены в табл. 1.



a

б

Рис. 2. Структура после РКУП:
a – 20 °С; *б* – 300 °С

Fig. 2. Structure after ECAP:
a – 20 °С; *б* – 300 °С

Таблица 1
Table 1

Физико-механические свойства после РКУП
Physical and mechanical properties after ECAP

Состояние	HV, МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_{max} , МПа	Относительное удлинение, %	Электропроводность, % IACS
РКУП 20 °С 1 проход	1350±50	375±10	400±10	17±1	19±2
РКУП 300 °С 1 проход	1220±50	360±10	390±10	18±1	21±2

Механические испытания образцов после деформации методом РКУП показали, что в обоих состояниях достигается прочность в пределах 400 МПа, но при режиме 2 температура 300 °С позволяет снизить нагрузку на инструмент практически в 2 раза относительно режима при комнатной температуре.

По результатам анализа литературы [6, 9] предложен режим старения при температуре 450 °С. Графики зависимости изменения микротвердости и электропроводно-

сти сплава системы Cu-Si-Ni представлены на рис. 3, *a, б*.

Таким образом, оптимальным временем старения при 450 °С является 10 часов. Структура представлена на рис. 4. Средний размер зерен практически не меняется – 33±2 мкм и 36±2 мкм для состояний 1 и 2 соответственно. По границам зерен наблюдаются выделения вторых фаз в виде частиц, предположительно Ni₂Si размером 2–4 мкм. Физико-механические характеристики по оптимальному режиму представлены в табл. 2.

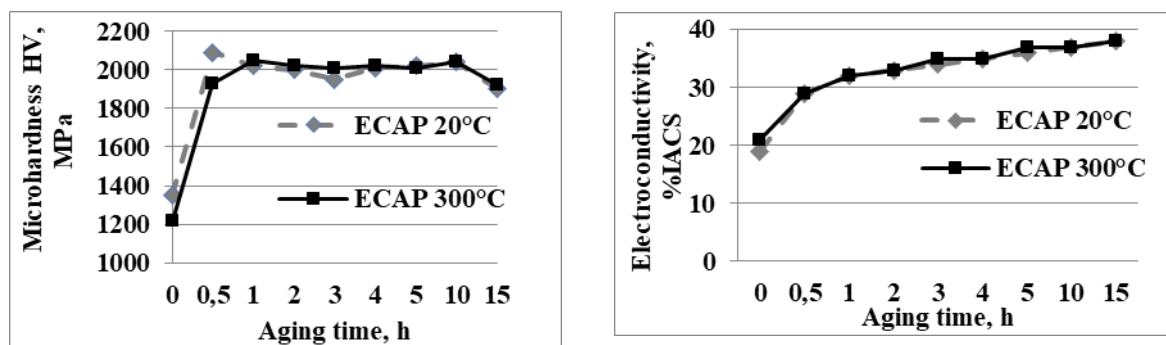


Рис. 3. Микротвердость (а) и электропроводность (б) в зависимости от времени старения

Fig. 3. Microhardness (a) and electrical conductivity (b) depending on the aging time

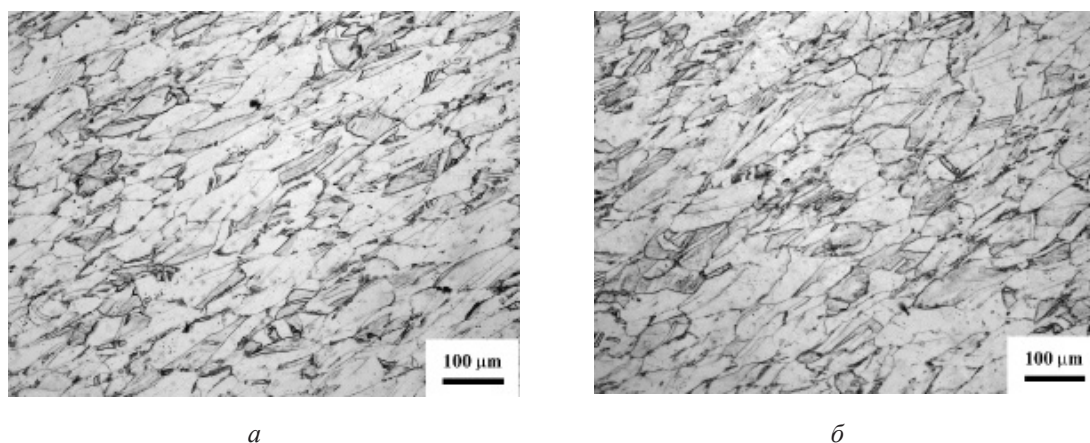


Рис. 4. Структура после РКУП и последующего старения:
а – РКУП при 20 °С; б – РКУП при 300 °С

Fig. 4. Structure after ECAP and subsequent aging:
a – ECAP at 20 °C; б – ECAP at 300 °C

Таблица 2
Table 2

Физико-механические свойства после РКУП и старения
Physical and mechanical properties after ECAP and aging

Состояние	HV, МПа	σ_{\max} , МПа	Elongation, %	Electroconductivity, % IACS
ECAP 20 °C 1 pass + 450 °C 10 h	2040±50	645±20	15±1	37±2
ECAP 300 °C 1 pass + 450 °C 10 h	2040±50	650±20	16±1	37±2

Выводы

По результатам проведенных исследований установлено, что для медного сплава Cu-1,85Ni-0,68Si структурные изменения в процессе РКУП при температурах 20 и 300 °С идентичны. Так степень измельчения структуры одинакова, а более высокая температура деформации не ведет к развитию процессов возврата, но при этом снижается нагрузка на инструмент. Кинетика фазовых и структурных превращений после старения остается идентичной, о чем свидетельствуют значения электропроводности (37 ± 2) и прочности материала (~650 МПа). Размер структурных элементов после старения практически не отличается от состояния после РКУП, что свидетельствует о хорошей термостабильности материала вплоть до 450 °С. Старение приводит к распаду пересыщенного твердого раствора с образованием частиц вторых фаз Ni_2Si по границам структурных элементов.

Благодарности

Авторы благодарны Центру коллективного пользования «Нанотех» при УГАТУ (Уфа, Россия) за предоставление оборудования для определения механических характеристик.

The authors are grateful to the Center for Shared Use "Nanotech" at USATU (Ufa, Russia) for providing equipment for determining the mechanical characteristics.

Список литературы

1. First-Principle Investigation of the Structural Stability and Electronic Property of Precipitates on the Cu-Rich Side of Cu-Ni-Si Alloys / Yong-qiang Long et al. // J. Shanghai Jiaotong Univ. (Sci.). 2011. V. 16, Iss. 3. P. 266–271. DOI: 10.1007/s12204-011-1141-4.
2. Low cycle fatigue behaviour of a precipitation hardened Cu-Ni-Si alloy / M. Delbovea et al. // International Journal of Fatigue.

2016. V. 92, Part 1. P. 313–320. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2016.07.019.

3. Fatigue behaviour of age-hardened Cu-Ni-Si alloy and effect of sporadic discontinuous precipitates on fatigue strength / M. Goto et al. // Procedia Structural Integrity. 2017. V. 7. P. 248–253. DOI: 10.1016/j.prostr.2017.11.085.

4. Role of microstructure on initiation and propagation of fatigue cracks in precipitate strengthened Cu-Ni-Si alloy / M. Goto et al. // International Journal of Fatigue. 2016. V. 87. P. 15–21. DOI: 10.2472/jsms.63.401.

5. Lockyer S. A., Noble F. W. Precipitate structure in a Cu-Ni-Si alloy // Journal of materials science. 1994. V. 29, Iss. 1. P. 218–226. DOI: 10.1007/BF00356596.

6. Microstructure and Precipitate's Characterization of the Cu-Ni-Si-P Alloy / Yi Zhang et al. // JMEPEG. 2016. V. 25, Iss. 4. P. 1336–1341. DOI: 10.1007/s11665-016-1987-6.

7. Microstructure and properties of high-conductivity, super-high-strength Cu-8.0Ni-1.8Si-0.6Sn-0.15Mg alloy / Z. Li et al. // J. Mater. Res. 2009. Vol. 24, Iss. 6. P. 2123–2129. DOI: 10.1557/jmr.2009.0251.

8. Effect of the combined heat treatment and severe plastic deformation on the microstructure of Cu-Ni-Si alloy / W. Głuchowski et al. // Arch. Metall. Mater. 2016. V. 61, No. 2B. P. 1207–1214. DOI: 10.1515/amm-2016-0200.

9. A new ultrahigh strength Cu-Ni-Si alloy / Q. Lei et al. // Intermetallics. 2013. V. 42. P. 77–84. DOI: 10.1016/j.intermet.2013.05.013.

10. Valiev R. Z., Aleksandrov I. V. Nanostructured materials obtained by severe plastic deformation. Moscow: Logos, 2000. 272 p.

11. Ultrafine-Grained High Strength Cu-Ni-Si Alloys / I. Altenberger et al. // Materials Science Forum. 2017. V. 892. P. 64–69. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.892.64.

12. Microstructure and Mechanical Properties of Cu-Ni-Si Alloys / Chihiro Watanabe et al. // J. Soc. Mat. Sci. Japan. 2005. V. 54, Iss. 7. P. 717–723. DOI: 10.2472/jsms.54.717.