

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
(Н И У « Б е л Г У »)

ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ И ЦИФРОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ
КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МЕДНОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ
CU – CR – ZR – Y ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО
ПРЕССОВАНИЯ И ОТЖИГА**

Выпускная квалификационная работа

обучающегося по направлению подготовки
22.03.01 Материаловедение и технологии материалов
очной формы обучения,
группы 12001516
Ольховиковой Яны Андреевны

Научный руководитель
д.ф.-м.н., профессор
Беляков А.Н.

БЕЛГОРОД 2019

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1 Обзор литературы.....	5
1.1 Медь и медные сплавы. Способы повышения прочностных свойств медных сплавов	5
1.1.1 Принципы легирования меди. Выбор системы легирования	5
1.2 Методы интенсивной пластической деформации	18
1.2.1 Кручение под высоким давлением	19
1.2.2 Винтовая экструзия	21
1.2.3 Мультиосевая деформация.....	22
1.2.4 Равноканальное угловое прессование.....	24
1.2.4 РКУП – Конформ	28
1.3 Постановка цели и задач исследования	29
Глава 2 Материал и методики исследования	31
2.1 Материал исследования.....	31
2.2 Методики эксперимента	32
2.2.1 Методика интенсивной пластической деформации равноканальным угловым прессованием	32
2.2.2 Методика определение твёрдости	33
2.2.3 Методика определения электропроводности	34
2.2.4 Методика исследования структуры.....	35
2.2.4.1 Растровая электронная микроскопия	35
2.2.4.2 Определения параметров микроструктуры	36
Глава 3 Результаты исследования и их обсуждение	38
3.1 Эволюция микроструктуры низколегированной бронзы в процессе интенсивной пластической деформации	38
3.1.1 Структурные изменения низколегированной бронзы после 1 прохода РКУП	40

3.1.2 Структурные изменения низколегированной бронзы после 4 прохода РКУП	42
3.1.3 Структурные изменения низколегированной бронзы после 8 прохода РКУП	44
3.2 Изменение физико–механических свойств низколегированной бронзы в процессе равноканального углового прессования.....	50
3.2.1 Изменение механических характеристик в ходе ИПД.....	52
3.2.2 Изменение электропроводности в ходе ИПД.....	54
3.3 Эволюция микроструктуры низколегированной бронзы после отжигов .	55
3.3.1 Структурные изменения низколегированной бронзы после постдеформационного отжига при температуре $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$	57
3.3.2 Структурные изменения низколегированной бронзы после постдеформационного отжига при $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$	59
3.3.3 Структурные изменения низколегированной бронзы после постдеформационного отжига при $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$	61
3.4 Изменение физико–механических свойств низколегированной бронзы после отжигов. Твёрдость и электропроводность сплава	63
3.5 Выбор оптимального режима обработки.....	65
Глава 4 Экономическая целесообразность проведения работ.....	67
Выводы	70
Список использованной литературы.....	72

Введение

Медь и ее сплавы занимают значительное место в производстве цветных металлов. Чистая медь обладает высокими характеристиками тепло- и электропроводности. Однако существенным недостатком такого материала являются низкие прочностные свойства, поэтому повышение механических характеристик чистой меди остается актуальной проблемой изучения. Для решения этой задачи перспективными представляются медные сплавы системы Cu – Cr – Zr – Y.

Легирование позволяет существенно увеличить прочностные свойства чистого металла, однако способствует снижению электропроводности материала. Микролегирование элементами с низким пределом растворимости в медной матрице, например, хромом и цирконием, позволяет повысить прочностные характеристики за счет выделения частиц второй фазы с нанометровым размером в процессе старения. Такой эффект достигается применением стандартной термической обработки, сочетающей обработку на получение пересыщенного твёрдого раствора (закалку) и старение. Ободрение матрицы легирующими элементами способствует сохранению высоких характеристик электропроводности.

Существенного упрочнения Cu – Cr – Zr – Y бронзы без снижения электропроводности можно достичь за счет формирования в материале субмикроструктурной структуры. Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) позволяют повысить прочностные свойства при сохранении электрической проводимости. Поэтому исследование структуры сплава после закалки и/или старения, интенсивной пластической деформации и постдеформационного отжига позволит определить параметры деформационно-термической обработки, обеспечивающие оптимальное сочетание эксплуатационных характеристик низколегированной Cu – Cr – Zr – Y бронзы.

Глава 1 Обзор литературы

1.1 Медь и медные сплавы. Способы повышения прочностных свойств медных сплавов

Повышение прочности медных сплавов является актуальным вопросом, в связи с их широким применением в производстве, как сплавов имеющих высокие характеристиками тепло- и электропроводности, но низкими механические свойства. Существует несколько основных способов повышения прочности металлических материалов, в числе которых легирование и деформационная обработка методами интенсивной пластической деформации.

1.1.1 Принципы легирования меди. Выбор системы легирования

В основе большинства медных сплавов лежат двойные системы, такие как Cu – Zn, Cu – Sn и Cu – Al, которые входят в базу главных медных сплавов – латуней и бронз. Для получения необходимых свойств в сплав могут добавляться дополнительные компоненты — железо, никель, марганец, фосфор и другие. Основными свойствами всех бронз являются пластичность и твёрдость. В соответствии с соотношением основных и дополнительных компонентов, возможно, получить большое разнообразие новых свойств.

Система Cu – Zn имеет шесть фаз. Фаза (Cu) кристаллизуется из жидкости в интервале температур от температуры затвердевания Cu до 902 °C и при концентрациях до 36,8 % (ат.) Zn. В твердом состоянии в области (Cu) установлены превращения, указывающие на образование соединения с формулой Cu₃Zn, существующее в двух модификациях: α₁ и α₂.

Фазовая диаграмма системы Cu – Zn представлена на рис. 1.1.

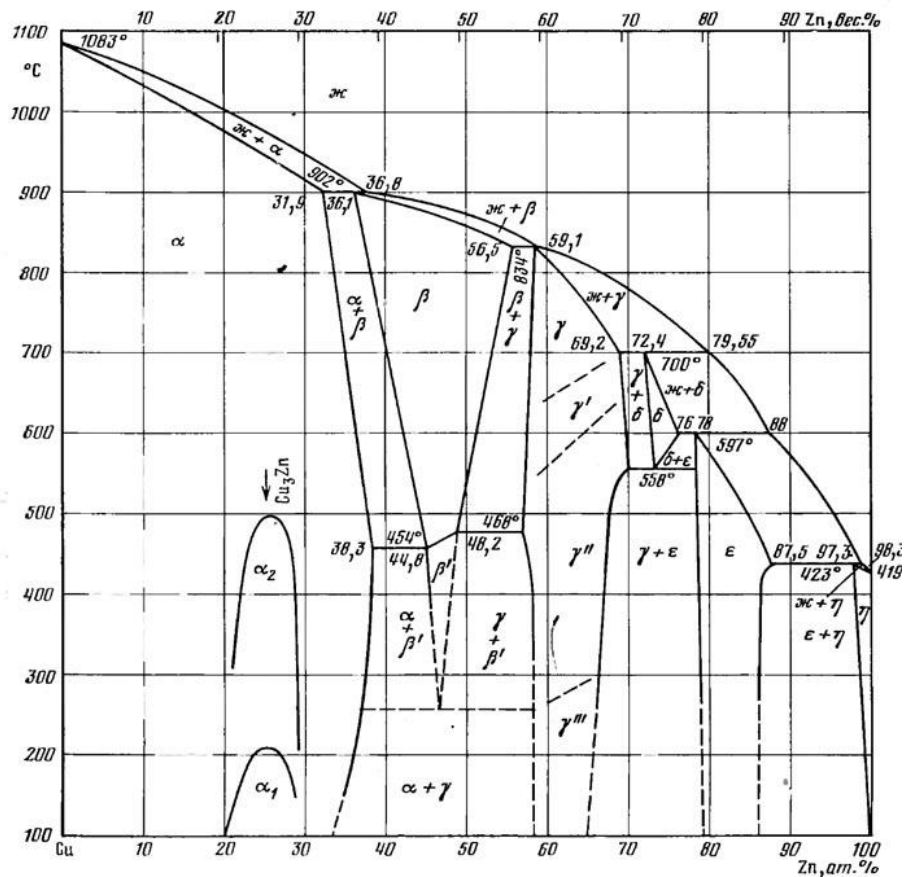


Рис. 1.1 Фазовая диаграмма системы Cu – Zn

Фазы β , γ , δ , ϵ , (Zn) образуются по перитектическим реакциям.

Область фазы β ограничена областью концентраций 36,1 % (ат.) Zn при температуре 902 °С, 56,5 % (ат.) Zn при 834 °С; 48,2 % (ат.) Zn при 468 °С и 44,8 % (ат.) Zn при 454 °С. В интервале температур 454 – 468 °С происходит упорядочение фазы β : $\beta \leftrightarrow \beta'$. Фаза β' распадается по эвтектоидной реакции $\beta' \leftrightarrow (\text{Cu}) + \gamma'''$ (НТ) при температуре - 255 °С. Эвтектоидный распад фазы β' происходит при температуре выше 100 °С.

Фаза γ имеет широкую область гомогенности, и максимально протяженность ее при температуре 558 °С составляет 13 % (ат), фаза γ существует в четырех модификациях но дотемператур 250 – 280 °С стабильна фаза γ''' , выше 280 °С устойчива фаза γ'' , которая при температурах

550—650 °С переходит в фазу γ' , выше 700 °С существует высокотемпературная модификация γ .

Фаза δ существует в узком температурном 700 – 558 °С и концентрационном интервалах и при температуре 558 °С претерпевает распад $\delta \leftrightarrow \gamma'' + \varepsilon$.

Область ε фазы находится в пределах концентраций 78 % (ат) Zn при температуре 597 °С и 87,5 % (ат.) Zn при температуре 423 °С. Фаза ε стабильна до комнатной температуры. Растворимость Zn в (Cu) сначала увеличивается от 31,9 % (ат) при температуре 920 °С до 38,3 % (ат.) при температуре 454 °С, а затем понижается и составляет 34,5 % (ат.) при температур. 150 °С и 29 % (ат.) при 0 °С.

Двухфазные $\alpha+\beta$ – латуни обрабатываются в горячем состоянии лучше однофазных благодаря наличию высокопластичной при повышенных температурах β -фазы и менее чувствительны к примесям. Однако они чувствительны к температурно-скоростным режимам охлаждения. Это служит причиной, по которой в горячепрессованных полуфабрикатах часто можно наблюдать неоднородную структуру. К примеру, один конец прутка/полосы/трубы будет иметь преимущественно мелкую игольчатую структуру и высокие механические свойства, в то время как другой конец прутка, в результате захлаживания, зернистую структуру и пониженные механические свойства.

В холодном состоянии двухфазные латуни обрабатываются хуже однофазных. Пластичность их в холодном состоянии зависит от структуры. Если α – фаза расположена на основном фоне кристаллов β – фазы в виде тонких игл, то обрабатываемость двухфазных латуней в холодном состоянии улучшается.

Прочность и пластичность латуней в зависимости от содержания цинка меняются нелинейно. Зависимости и прочности, и пластичности имеют экстремумы – максимумы (рис. 1.2). Повышение прочности наблюдается при увеличении концентрации цинка до 45 % (т.е. в областях α и $\alpha + \beta'$) (см. рис.

1.1). При его большем содержании структура сплавов становится однофазной, состоящей из хрупкой β' – фазы, что приводит к снижению прочности. В промышленности используют латуни с содержанием цинка до 45 %. Повышение пластичности при увеличении концентрации цинка достигается лишь для сплавов с однофазной структурой (α – твердого раствора), при переходе в двухфазную область пластичность снижается из-за появления β' – фазы.

Однофазные латуни (с содержанием цинка менее 39 %) имеют хорошую пластичность, они обрабатываются давлением в холодном и в горячем состояниях. При холодной обработке давлением достигается повышение механических свойств за счет наклепа. (Напомним, что термической обработкой латуни упрочнить нельзя.). Двухфазные латуни ($Zn > 39\%$) обрабатываются давлением только в горячем состоянии, но они хорошо обрабатываются резанием, так как наличие хрупкой β' – фазы обеспечивает лучшее стружкоотделение.

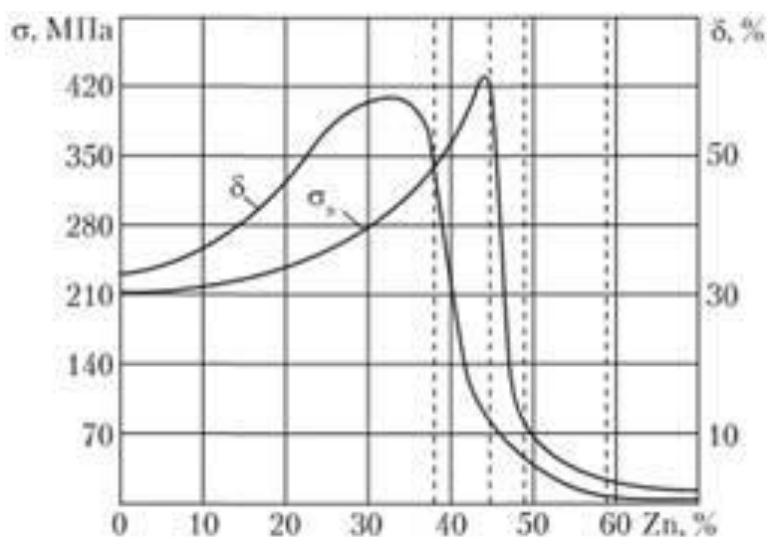


Рис. 1.2 Влияние цинка на предел прочности (σ_B) и пластичность (δ) латуней

Рассмотрим систему Cu – Sn. Фаза α – твердый раствор олова в меди (кристаллическая решетка кубическая гранецентрированная) пластична в горячем и холодном состоянии.

Фазы β и γ устойчивы только при повышенных температурах, а с понижением температуры распадаются с большой скоростью. Фаза δ ($\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$, решетка γ – фазы) – продукт распада γ – фазы (или β') при температуре 520 °С твердая и хрупкая.

Распад δ – фазы на $\alpha + \text{Cu}_3\text{Sn}$ (ϵ – фаза) начинается при температуре 350 °С. С понижением температуры распад δ – фазы протекает чрезвычайно медленно (при длительном отжиге после холодной деформации на 70 – 80 %). Практически в сплавах, содержащих до 20 % Sn, ϵ – фаза отсутствует.

В технических оловянных бронзах содержание олова колеблется от 2 до 14 %, реже до 20 %.

Сплавы системы Cu – Sn в зависимости от содержания олова состоят либо из однородных кристаллов α – твердого раствора, либо из кристаллов α и эвтектоида $\alpha + \beta$.

Процесс диффузии в оловянных бронзах протекает медленно. Дендритная структура исчезает только после многократных циклов термомеханической обработки. По этой причине технологический процесс обработки оловянных бронз давлением затруднителен.

В процессе плавки оловянные бронзы раскисляют фосфором, поэтому большинство бинарных сплавов Cu – Sn содержат остаточное количество фосфора. Фосфор считается легирующей добавкой при содержании его в сплаве $> 0,1$ %.

На рис. 1.3 представлена диаграмма состояния системы Cu – Sn.

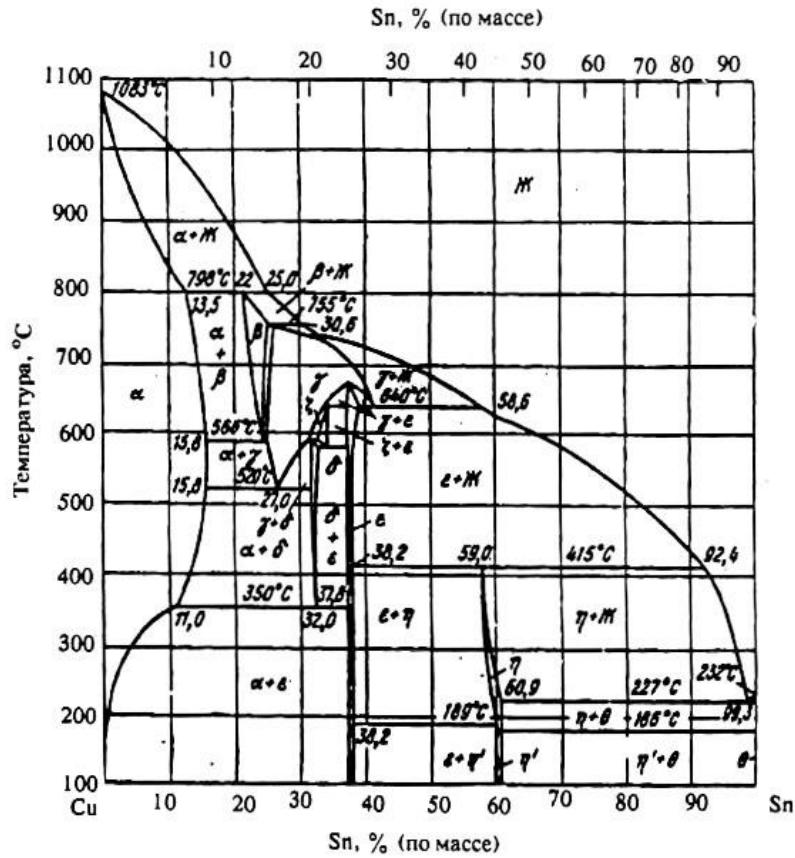


Рис. 1.3 Диаграмма состояния системы Cu – Sn [33]

Механические свойства двойных оловянных бронз достаточно высоки. С увеличением содержания олова возрастает прочность и твёрдость сплава. Но при этом понижается пластичность и ударная вязкость (рис. 1. 4). Временное сопротивление достигает максимальных значений при 10... 12 % Sn, а значения твёрдости и предела текучести увеличиваются даже с большим содержанием олова, однако при этом относительное удлинение и ударная вязкость снижаются до очень низких значений.

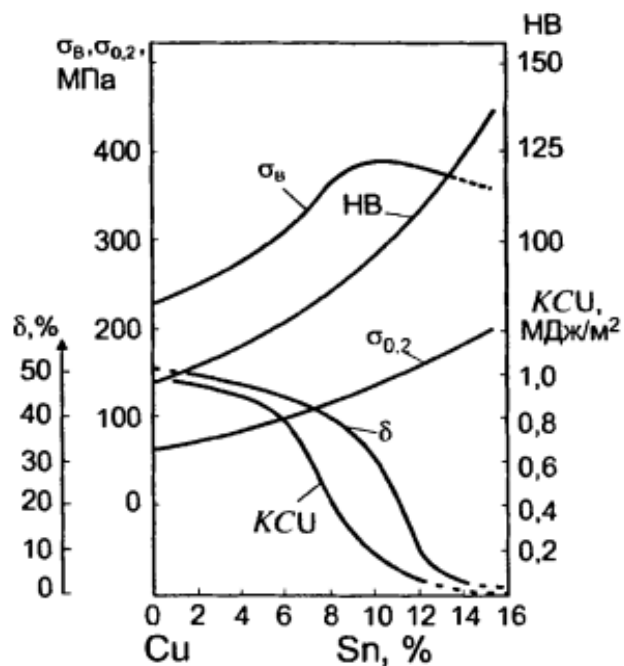


Рис. 1.4 Влияние содержания олова на механические свойства литых оловянных бронз [32]

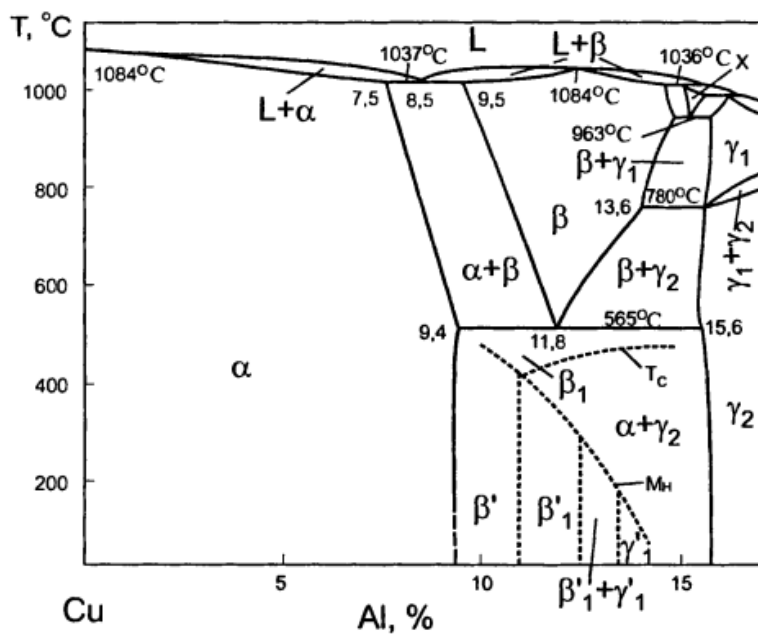


Рис. 1.5 Фазовая диаграмма системы Cu – Al [33]

На рис. 1.5 представлена фазовая диаграмма системы Cu – Al.

Из диаграммы системы Cu – Al видно, что при содержании меди от 0 до 53 % имеет место простая эвтектическая система Al(α) – Al₂Cu(θ) с эвтектикой при температуре 548 °С и содержании 33 % Cu. Максимальная растворимость (при эвтектической температуре) меди в α – твердом растворе – 57 %. Растворимость меди уменьшается с понижением температуры и при температуре 300 °С составляет 0,5 %. Нерастворившаяся медь находится в равновесном состоянии в виде фазы Al₂Cu. При средних температурах в результате распада пересыщенного твердого раствора образуются метастабильные промежуточные фазы (θ' и θ'').

Примеси и добавки могут видоизменить диаграмму состояния лишь незначительно. Эти элементы чаще всего слабо растворяются в твердом растворе и образуют гетерогенные выделения в структуре.

Вследствие неполного выравнивания концентрации внутри первичных кристаллов алюминиевого твердого раствора во время его затвердевания в структуре могут появиться эвтектические участки при концентрации ниже максимальной растворимости, особенно в литом состоянии. Они располагаются по границам первичных зерен и препятствуют обрабатываемости.

С увеличением содержания алюминия прочностные свойства бронз повышаются, и достигают максимальных значений ($\sigma_B = 600$ МПа) при 10 ... 11 % Al, затем значительно снижается при 12 % Al (рис. 1.6).

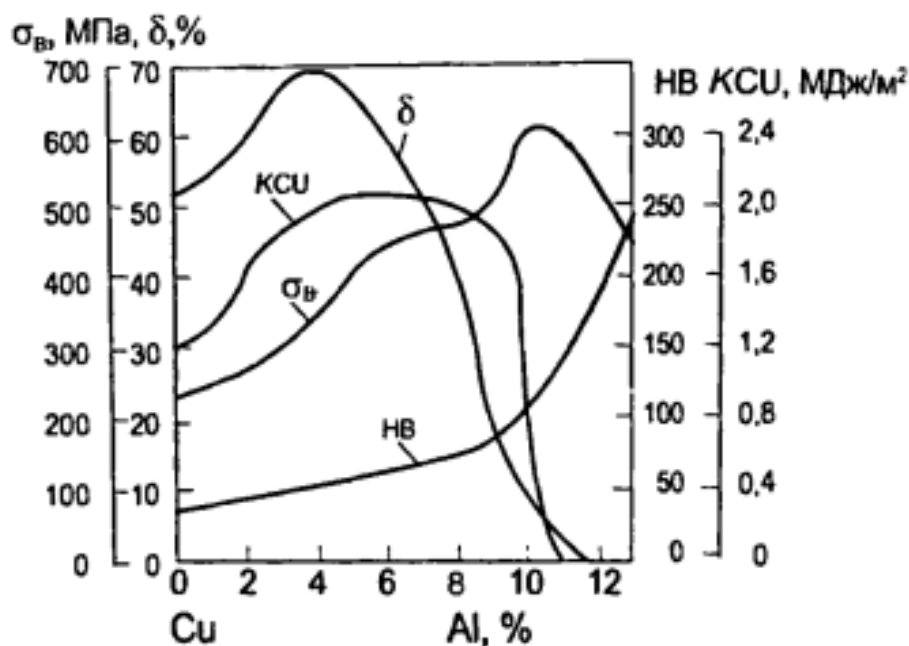


Рис. 1. 6 Влияние содержания алюминия на механические свойства отожженных алюминиевых бронз [32]

Однофазные α – бронзы пластичны, но прочность их мала. У фазы γ_2 имеется высокая твёрдость и «ничтожно малая пластичность», поэтому двухфазные бронзы, которые содержат этактоид ($\alpha + \gamma_2$), отличаются сочетанием более высокой твёрдости и прочности, но пониженной пластичностью.

Особый интерес представляют низколегированные сплавы меди, используемые для производства проводников. Одна из наиболее исследуемых и распространенных систем медных сплавов для электротехнической промышленности является система Cu – Cr – Zr. Это связывают с тем, что хром и цирконий могут образовывать соединения, которые позволяет достигать оптимального сочетания прочностных характеристик и электропроводности для сплавов на основе меди. Хром при концентрации 0,5 ат. % хорошо растворим в меди при температурах выше 1000 °C и после закалки и старения может выделяться в виде дисперсных упрочняющих частиц [5,6]. Цирконий в твёрдом растворе существенно замедлит рост дисперсных частиц хрома [5,6]. Исходя из фазовых диаграмм

для двойных систем Cu – Cr, Cu – Zr и Cr – Zr [6] (рис. 1.7) и Cu – Y (рис. 1.8) растворимость хрома в меди и циркония в меди при комнатной температуре довольно мала, и составлять лишь тысячные доли масс. %. Температура сольвуса хрома в меди при концентрации хрома 0,07 масс. % составляет 900 °С. Температура сольвуса циркония при концентрации 0,06 масс. % - 880 °С. Температура сольвуса иттрия при концентрации 0,05 масс. % - 860 °С.

Встречаются упоминания об образующихся в сплавах системы Cu – Cr – Zr – Y фазах, таких как Cu_6Y , Cu_4Y , Cu_7Y_2 , Cu_2Y и CuY [9]. Равновесными фазами системы Cu – Y являются: жидкость L; конечный твёрдый раствор ГЦК (Cu) с пренебрежимо малой ($< 0,04$ ат. %) растворимостью Y; конечный твёрдый раствор (αY) с предельной растворимостью Cu (максимум от 0,07 до 0,14 ат. %) и стабильный до 1478 °С; твердый раствор ОЦК, (βY), стабильный между температурой перехода $\beta\text{Y} = \alpha\text{Y}$ при 1478 °С и точкой плавления βY при 1522 °С, предположительно имеющей незначительную растворимость Cu; соединение Cu_6Y , стабильное до температуры перитектического разложения 910 °С; соединение Cu_4Y , стабильное над композиционным полем, границы которого не определены и до конгруэнтной температуры плавления при 975 °С; стехиометрическое соединение Cu_7Y_2 , устойчивое до температуры перитектического разложения при 920 °С; стехиометрическое соединение Cu_2Y , стабильное до конгруэнтной температуры плавления при 935 °С; и стехиометрическое соединение CuY , стабильное до конгруэнтной температуры плавления при 935 °С.

Таким образом, нагрев низколегированной бронзы, содержащей 0,07 % Cr, 0,06 % Zr и 0,05 % Y свыше 900 °С, приведут к растворению хромовых и циркониевых частиц, не затронув частиц иттрия.

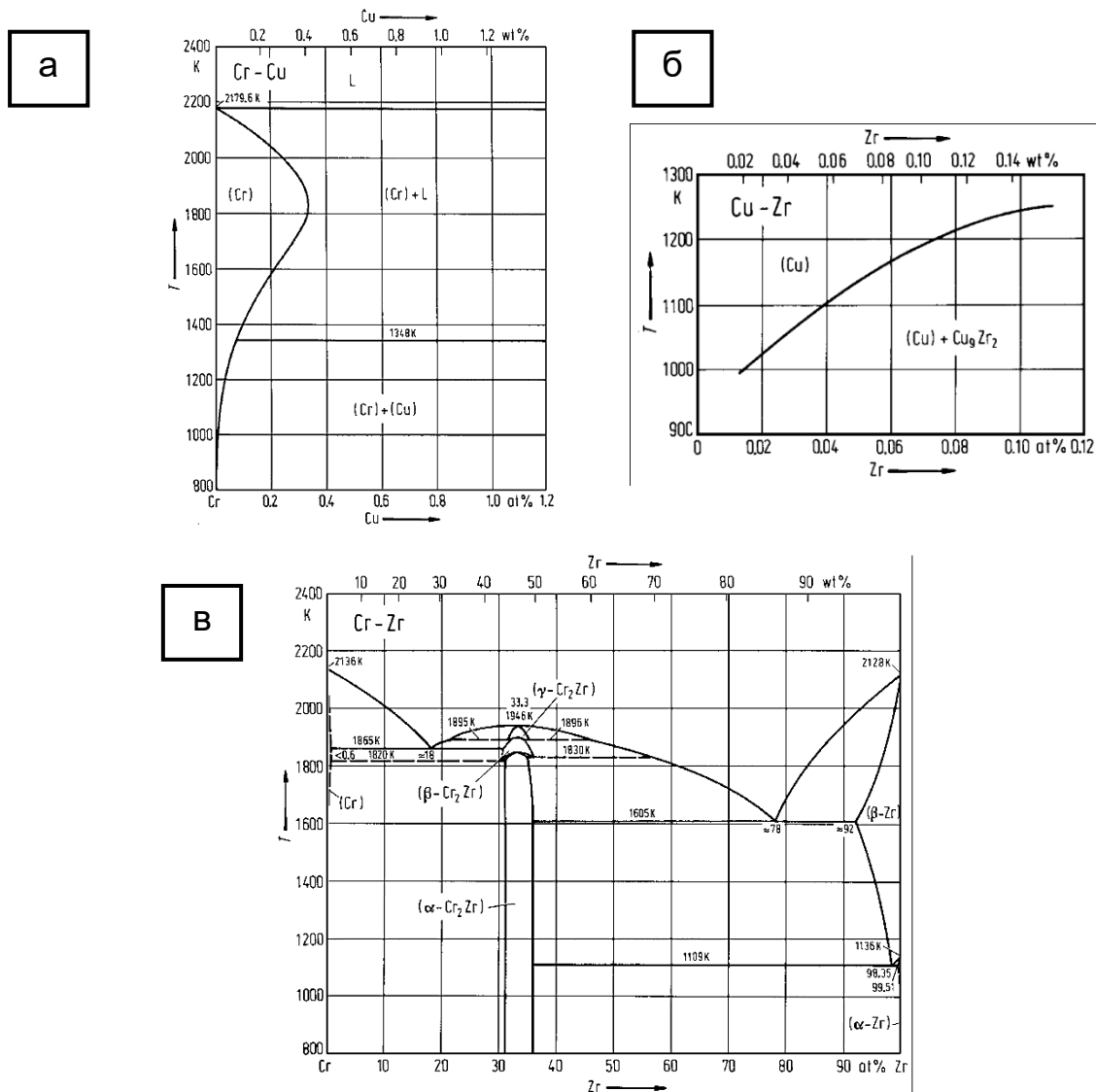


Рис. 1.7 Фазовые диаграммы двойных систем: а) системы Cu – Cr, б) системы Cu – Zr, в) системы Cr – Zr [6]

Оказать влияние на энергию дефекта упаковки сплава можно по методу легирования бронзы цирконием. Снижение энергии дефекта упаковки повышает усталостные характеристики [7], затрудняя поперечное скольжение дислокаций. Легирование цирконием облегчается образованием ОЦК – Cr. На увеличение температуры рекристаллизации благоприятно воздействие оказывает выделение по границам частиц Cu_4Zr [8], за счёт удерживания частицами границы. Однако, при легирование цирконием более 0,1 масс. % происходит образование грубых включений первичной Cu_5Zr

фазы, в связи с чем снижается однородность сплава, и как следствие, прочностные характеристики.

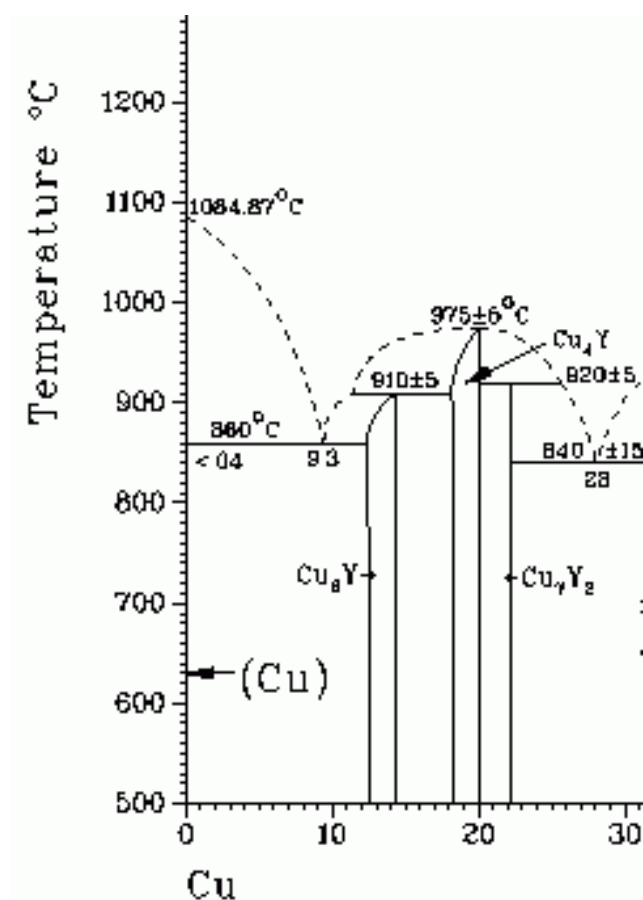


Рис. 1.8 Фазовая диаграмма двойной системы Cu – Y [9]

Легирование меди иттрием позволяет улучшить её прочностные и пластические характеристики, повысить температуру рекристаллизации, способствует достижению более мелкозернистой и однородной по размеру структуры. Так же имеются литературные данные, которые позволяют установить, что микродобавки иттрия приводят к росту общего сопротивления движению дислокаций в плоскости скольжения внутри зерна и облегчают передачу скольжения через границы зёрен.

Для сплава системы Cu – Cr – Zr – Y характерны высокие значения электропроводности. Это связано с тем, что в процессе старения происходит

значительное обеднение матрицы легирующими элементами в связи с образованием частиц второй фазы [10]. Таким образом, в процессе старения электропроводность повышается, достигая 75 – 80 % IACS. Сплав имеет предел текучести $\sigma_{0,2} = 120$ МПа и предел прочности $\sigma_B = 225$ МПа. При этом пластичность сплава после старения составила ~ 57 %.

Таблица 1.1

Физико – механические свойства сплавов

Система сплава	Предел прочности σ_B , МПа	Относительное удлинение δ , %	Твёрдость, HV	Электропроводность, % IACS
Cu – Zn	210	35	55	97
Cu – Sn	230	50	65	94
Cu – Al	220	51	50	90
Cu – Cr – Zr – Y	225	57	80	77

Исходя из выше приведённых физико – механических характеристик, был выбран сплав для проведения данной работы.

Ещё более существенное упрочнение без снижения электропроводности достигается путём формирования в материале субмикроструктурной структуры. Методы ИПД позволяют повысить прочностные свойства и при этом сохранить высокие значения электрической проводимости.

1.2 Методы интенсивной пластической деформации

Основной целью интенсивной пластической деформации (ИПД) является возможность формирования однородной наноструктуры с большеугловыми границами зёрен по всему объёму заготовки. В настоящее время разработаны следующие схемы ИПД: кручение под высоким давлением (КВД); равноканальное угловое (РКУ) прессование; винтовая экструзия; мультиосевая деформация и др.

Такие методы деформации, как прокатка, волочение, прессование и другие, в конечном счете, вызывают уменьшение поперечного сечения заготовки и не позволяют достигать больших степеней измельчения зерна. Кручение под давлением и РКУ прессование протекают без изменения конечного сечения и формы заготовки, достигая необходимых высоких степеней деформации и измельчения зерна.

Суть этих методов заключается в том, что обрабатываемые материалы подвергают многократной интенсивной пластической деформации сдвига, при этом достигая истинной степени деформации $\epsilon = 4 - 7$. Применение ИПД позволяет получать крупногабаритные образцы с практически беспористой структурой материала вместе с уменьшением среднего размера зёрен.

Пластическую деформацию применяют как средство для формирования структуры металлов, сплавов и некоторых других материалов. В процессе деформации протекает комплекс следующих изменений: повышается плотность дислокаций, происходит измельчение зерна, возрастёт концентрация точечных дефектов и дефектов упаковки; который приводит к образованию специфичной микроструктуры. Исходное структурное состояние материала, конкретные условия деформирования, а также механика процесса деформации в совокупности определяют основные закономерности формирования структуры в процессе пластической

деформации. При условии, что прочие условия равны, то основную роль в формировании структуры и свойств материала относят механике процесса деформации: процесс деформации наиболее эффективен, когда обеспечивается однородность напряжённого и деформированного состояния по всему объёму материалу.

Кручение под высоким давлением и равноканальное угловое прессование являются основными методами, при помощи которых достигают больших деформаций, которые в свою очередь приводят к заметному измельчению зёрен, не разрушая образцов.

1.2.1 Кручение под высоким давлением

Метод интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) заключается в следующем: образец помещают между бойками и подвергают осадке под давлением (несколько ГПа), после чего прилагают деформацию кручением с большим количеством оборотов [1, 12, 13]. Деформация осуществляется путём вращения нижнего бойка, в конечном итоге под действием сил поверхностного трения в объёме заготовки происходит сдвиг (рис. 1.9). Деформируемый образец имеет вид диска диаметром 5 – 20 мм и толщиной 0,5 – 1 мм [12]. После ИПДК происходит уменьшение среднего размера зёрен до 100 – 500 нм, который определяет режим обработки: давлением, температурой, скоростью деформации и твердостью обрабатываемого материала [1, 12, 13 – 16].

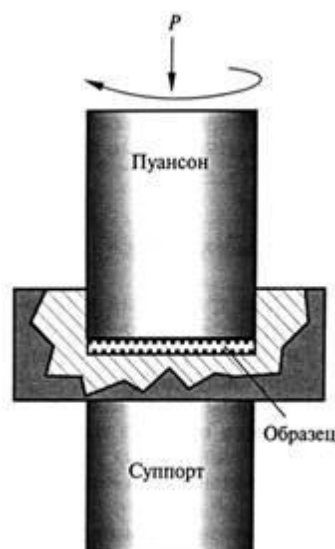


Рис. 1.9 Схема обработки методом ИПДК [12]

Логарифмическую степень деформации в процессе ИПДК можно описать формулой [11, 12, 13]:

$$e = \ln \frac{\varphi r}{h}; \quad (1.1)$$

где φ – угол вращения, рад; r – радиус диска; h – толщина диска.

Расчета величины сдвиговой деформации рассчитывают по формуле [11 – 13]:

$$\gamma = \frac{2\pi nr}{h}; \quad (1.2)$$

где n – количество оборотов; r – радиус диска; h – толщина диска.

Для сравнения величины сдвиговой деформации при ИПДК с величиной деформации при других схемах деформации используют понятие «эквивалентная деформация», за которую принимают значение [11 – 13]:

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}. \quad (1.3)$$

Данное выражение справедливо только при небольших деформациях сдвига. При больших деформациях используют выражение [12]:

$$\varepsilon = \left(\frac{2}{\sqrt{3}}\right) \ln \left[\left(1 + \frac{\gamma^2}{4}\right)^{1/2} + \frac{\gamma}{2} \right]. \quad (1.4)$$

1.2.2 Винтовая экструзия

Процесс продавливания материала сквозь формирующий инструмент (фильеру, экструзионную головку, отверстие) представляет собой непрерывный технологический процесс винтовой экструзии (ВЭ). Материал, который используют в процессе, имеет высокий уровень вязкости, а получаемые изделия имеют поперечное сечение нужной формы. Угол наклона винтовой линии β в начале и конце направления оси экструзии принимает значения равные нулю, и изменяется по высоте матрицы (рис. 1.10). Из – за особенности геометрии канала матрицы, в процессе продавливания через неё заготовки, начальная и конечная форма и размер заготовки сохраняют идентичность, что позволяет осуществить многократную экструзию и приводит к накоплению больших степеней деформации.

Известно, что фрагментации металлов способствуют следующие факторы [29]: обработка по схеме простого сдвига; большие градиенты тензоров скоростей деформации и поворота; высокие давления в очаге деформации. ВЭ не удовлетворяет всем этим условиям.

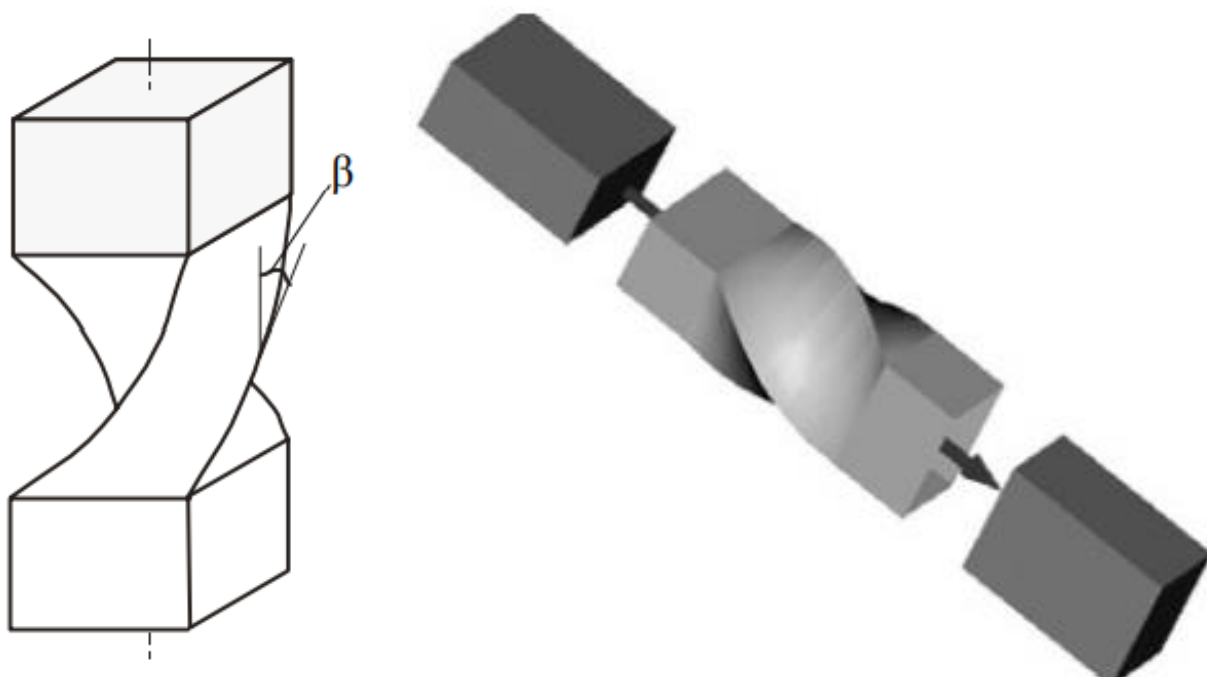


Рис. 1.10 а) Схема винтовой канала при ВЭ. б) Схема процесса ВЭ [29]

1.2.3 Мультиосевая деформация

Мультиосевую деформацию (МОД) проводят по схеме всестороннейковки, которая включает повторение операций осадки и протяжки, но с изменением направление приложения деформирующего усилия [25]. Данный вид деформации производится при повышенных температурах, что позволяет создать условия для формирования нанокристаллической структуры в малопластичных материалах.

Рис. 1.11 показывает схему для получения объёмных наноструктурных материалов по методике укомплектовываемой прокатки соединением.

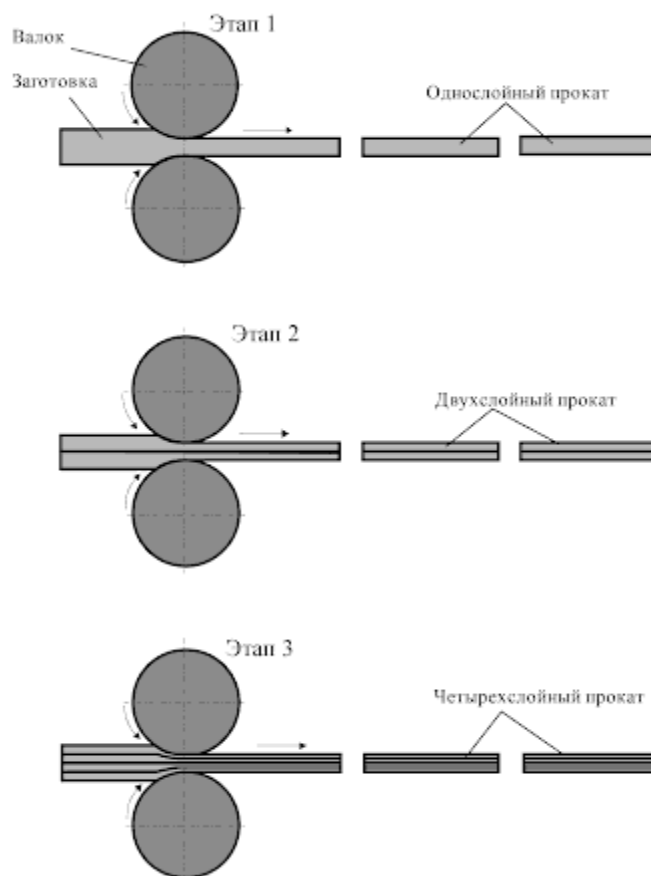


Рис. 1.11 Схема для получения объёмных наноструктурных материалов по методике укомплектовываемой прокатки соединением [25]

Схема процесса мультиосевой деформации или всесторонней (изотермической) ковки изображена на рис. 1.12.



Рис. 1.12 Схема процесса мультиосевой деформации [26]

МОД имеет некоторые преимущества, таких как: получение массивных заготовок с наноструктурным состоянием; получение ультрамелкозернистой структуры в довольно таки хрупких материалах, благодаря низким скоростям деформации ($\sim 1 - 2$ мм/мин.) и постепенному снижению температуры (\sim от 0,1 до 0,5 $T_{пл}$). Но, не смотря на это, данный метод обладает недостатком, который и послужил решающим при исключении МОД как возможного режима ИПД в данной работе: структура, которую получаю методом мультиосевойковки, не такая однородная, как, например, при РКУП И КВД.

1.2.4 Равноканальное угловое прессование

Исследования структурообразования в процессе больших пластических деформаций и влияния ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры на физико – механические свойства металлов и сплавов впервые были начаты в 80–х годах [1, 17 – 19].

Известно, что в процессе РКУП заготовки (диаметром 10 – 60 мм и длиной 100 – 350 мм) деформируют сдвигом в зоне пересечения каналов равного сечения (рис. 1.13) [6].

При равноканальном угловом прессовании, подвергаясь сколь угодно большим деформациям сдвига, заготовка практически не изменяет своих размеров.

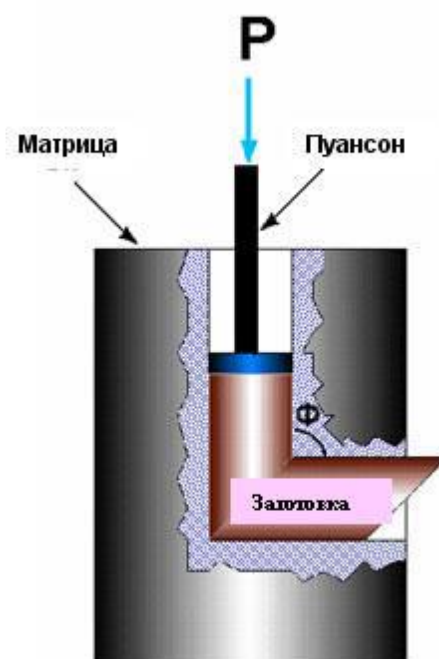


Рис. 1.13 Схема установки РКУ – прессования [3]

К настоящему времени достоверно установлено, что на формирование УМЗ структуры в металлах и сплавах влияют следующие особенности РКУП:

- маршрут прессования;
- угол пересечения каналов;
- количество проходов;
- температура прессования.

Маршрут прессования. В литературе [1, 3] имеется подробное описание различных маршрутов РКУ прессования, которые используются для обработки металлических материалов. Принято выделять четыре основных маршрута прессования: маршрут А – не использующий вращение заготовки, маршруты В_А и В_С, в которых осуществляют вращение на 90° в разных направлениях или одном направлении, соответственно, и маршрут С, с вращением образца на 180° (рис. 1.14). Со временем было экспериментально определено, что из оснасток с углом пересечения каналов 90° наиболее эффективным при создании ультрамелкозернистой структуры является

маршрут В_с, который способствует формированию однородных и равноосных зёрен, с большеугловыми границами [3].

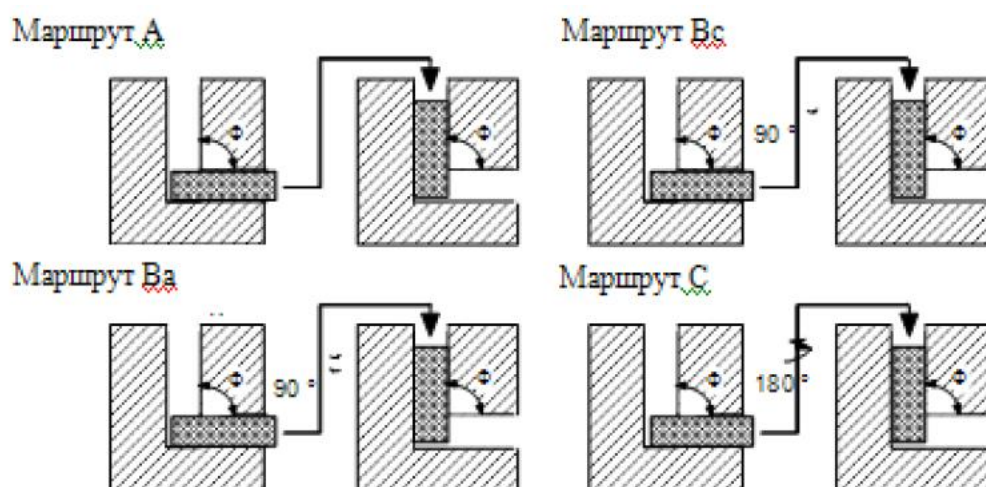


Рис. 1.14 Маршруты обработки при РКУП [3, 11]

При прохождении заготовки зоны пересечения каналов, происходит сдвиговая деформация без изменения размера заготовки в поперечном сечении. Вследствие чего обработку можно производить многократно для накопления большой эквивалентной деформации.

Угол пересечения каналов. При РКУП один из самых важных параметров это угол пересечения каналов, который в свою очередь влияет непосредственно на саму степень деформации и микроструктуру образцов (рис. 1.15). В литературе [1,3], наиболее эффективным считается сочетание параметров РКУП, являющихся причиной образования равноосных зёрен преимущественно с большеугловыми границами, считают деформацию по маршруту В_с с углом пересечения каналов 90°. При работе с труднодеформируемыми образцами, часто используют угол пересечения каналов равный 120°. Но тогда степень деформации за один проход станет меньше (рис. 1.16).

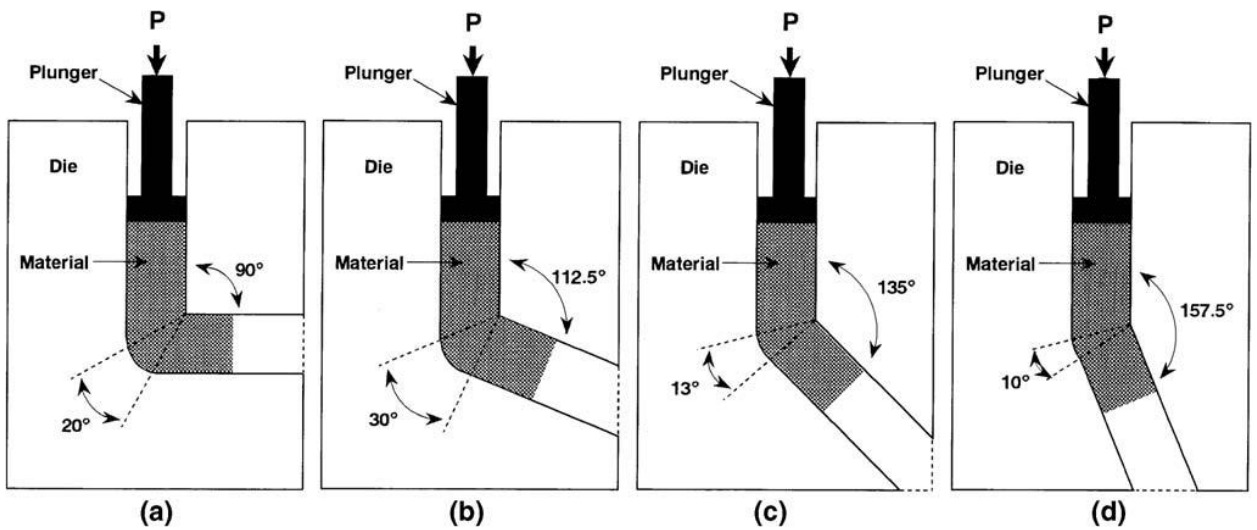


Рис. 1.15 Схема, иллюстрирующая оснастки с различным внутренним углом пересечения каналов [3]

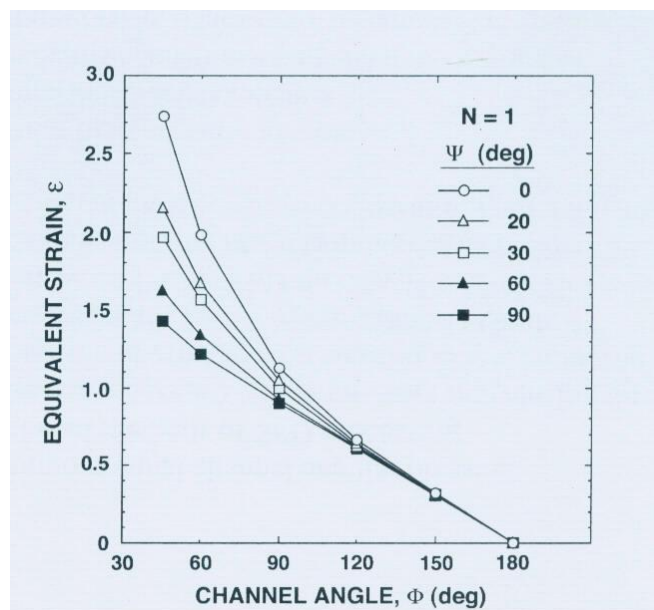


Рис. 1.16 Зависимость эквивалентной деформации ϵ от внутреннего угла ϕ при разных значениях внешнего угла ψ [3]

Температура прессования. Экспериментально влияние температуры РКУ прессования показывали на примере чистого Al, сплавов Al – 3% Mg и Al – 3% Mg – 0,2% Sc. С увеличением температуры РКУП происходит увеличение среднего размера зерна (рис. 1.17) и увеличение доли

малоугловых границ, что связано с тем, что при повышении температуры возрастает и скорость релаксации структуры, которая в свою очередь не даёт скапливаться большой плотности дислокаций, которая необходима для измельчения зёрненной структуры и образования большеугловых границ зёрен [3].

Таким образом, температуру РКУП выбирают так, чтобы её значения были как можно меньше, но вместе с тем сохранялась целостность образцов, не образуя видимых дефектов.

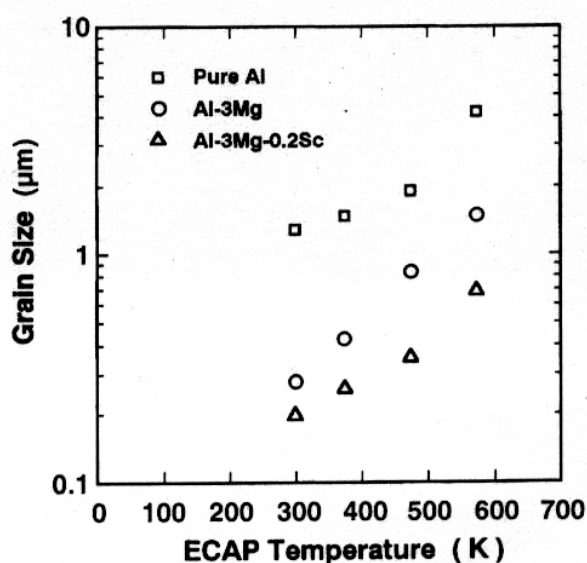


Рис. 1.17 Средний размер зерна в зависимости от температуры РКУ прессования для некоторых материалов [3]

1.2.4 РКУП – Конформ

С целью получить УМЗ структуру прутков получил развитие метод РКУП – Конформ (РКУП – К), схема которого представлена на рисунке 1.18, а [21, 22]. В данном методе деформация осуществляется по способу гравюры ротора и рабочих поверхностей прижима и упора, деформирование

реализуется в рабочем канале. Детали процесса так же представлены на рисунке 1.18 [21. 22].

В чистом титане, к примеру, в процесс многоциклового прессования метода РКУП – Конформ протекает формирование однородной ультрамелкозернистой структуры преимущественно с большеугловыми границами и средним размером зерен 200 – 300 нм [22].

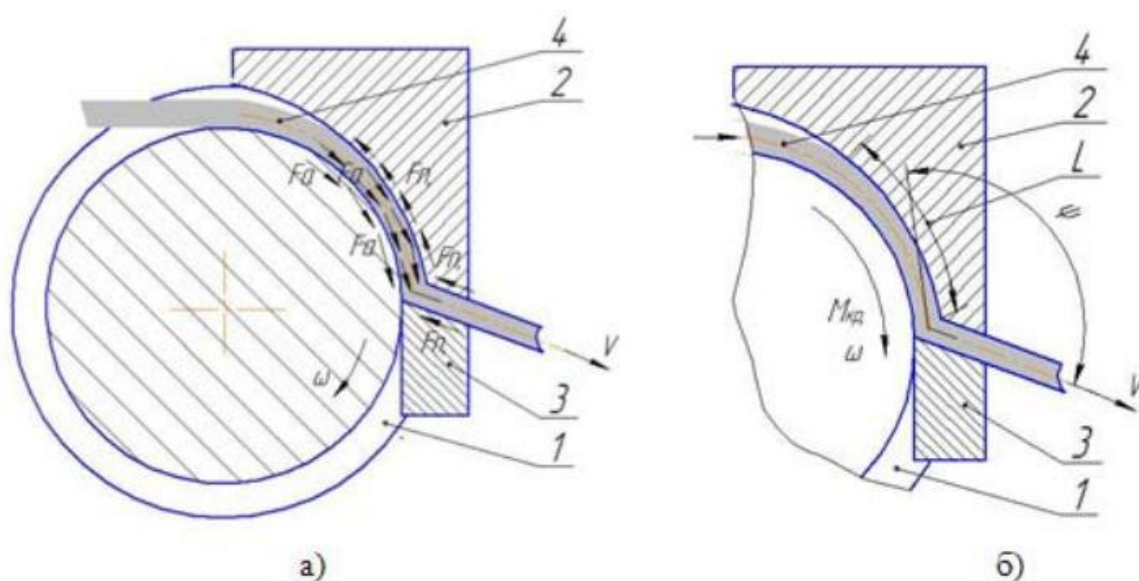


Рис. 1.18 Принципиальная схема РКУП– К [21]:

а – схема действия сил активного F_a и пассивного трения – $F_{п}$; б – наиболее значимые параметры процесса: L – дуга захвата заготовки, $M_{кр}$ – крутящий момент; ω – угловая скорость; 1 – ротор с гравюрой; 2 – прижим (башмак); 3 – упор; 4 – заготовка

1.3 Постановка цели и задач исследования

Электротехническая промышленность, в последние годы, набирает всё большие обороты. Вместе с чем повышаются требования к производимым товарам, материалам и их свойствам. Основными направлениями данного производства, является производство электропроводов, контактов и электродов для контактной сварки.

Решением данного вопроса представляется улучшение свойств медных сплавов системы Cu – Cr – Zr, например, легированием Y. Повышения прочностных свойств сплавов на основе данной системы при сохранении удовлетворительной электропроводности металлов может быть достигнуто в результате формирования в них субмикроструктурной структуры в процессе интенсивной пластической деформации. В данной работе в качестве метода пластической деформации было выбрано равноканальное угловое прессование. Однако на сегодняшний день существует потребность в проведении системных исследований влияния равноканального углового прессования на свойства медных сплавов. В связи с этим работа, направленная, на изучение эволюции микроструктуры и изменений физико-механических свойств высокопрочных сплавов системы Cu – Cr – Zr – Y в процессе РКУП представляется актуальной и интересной.

Цель работы: установить влияние равноканального углового прессования и отжига на структуру и физико-механические свойства низколегированного медного сплава системы Cu – Cr – Zr – Y.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Определить влияния интенсивной пластической деформации на формирование нано – и/или субмикроструктурной структуры для сплава Cu – Cr – Zr – Y.
2. Изучить изменения физико – механических свойств сплава Cu – Cr – Zr – Y после термообработки и равноканального углового прессования
3. Изучить изменение микроструктуры, твердости и электропроводности сплава Cu – Cr – Zr – Y после постдеформационного отжига.
4. Установить оптимальный режим деформационно – термической обработки низколегированной Cu – Cr – Zr – Y бронзы, включающий температуры, время обработки и степень деформации.

Глава 2 Материал, методика исследования и техника безопасности

2.1 Материал исследования

В качестве материала исследования был выбран медный сплав системы Cu – Cr – Zr – Y.

Химический состав бронзы приведён в таблице 2.1.

Таблица 2.1.

Cu, масс. %	Cr, масс. %	Zr, масс. %	Y, масс. %
бал.	0,07	0,06	0,05

Пруток медного сплава, полученный путём литья в кокиль, производства Кузнецкого завода цветных металлов, был выбран в качестве исходного материала. После отливки сплав был прокован при температуре 800 °С до степени деформации $\varepsilon = 2$.

Впоследствии было проведено 2 вида работ: в первом случае, сплав был отожжён при температуре 920 °С в течение 1 ч. с последующим охлаждением в воду (закалка) и подвергнут 1, 4 и 8 циклам РКУП при температуре 400 °С по маршруту В и углом пересечения каналов 90°; во втором случае, сплав был отожжён при температуре 920 °С в течение 1 ч. с последующим охлаждением в воду, затем подвергнут старению при температуре 500 °С в течение 4 ч., и продеформирован по методу РКУ прессования при температуре 400 °С по маршруту В_c и углом пересечения каналов 90°.

2.2 Методики эксперимента

2.2.1 Методика интенсивной пластической деформации равноканальным угловым прессованием

Известно, что структура сплавов существенно зависит от режимов обработки методами интенсивной пластической деформации. Для повышения прочностных характеристик сплав был подвергнут ИПД, в ходе которой происходит структурное упрочнение материала. Интенсивная пластическая деформация может ускорить процесс распада пересыщенного твердого раствора или же способствовать растворению частиц в матрице. Отсюда следует, что формирование нано и/или субмикроструктуры в процессе интенсивной пластической деформации в закалённом и состаренном состоянии будет протекать по-разному.

Равноканальное угловое прессование низколегированной бронзы системы Cu – Cr – Zr – Y реализовали по методу простого сдвига в зоне пересечения каналов равного сечения [23], которые расположены под углом φ друг относительно друга, в процессе пропускания через них заготовки.

Один цикл прессования, при условии отсутствия трения о стенки инструмента, придает материалу деформацию, равную (2.1):

$$e = \frac{2}{\sqrt{3}} \operatorname{ctg} \varphi \quad (2.1),$$

где e – истинная степень деформации, φ – угол пересечения каналов матрицы.

Исходным материалом для проведения обработки методом РКУП служил закалённый и/или состаренный пруток. Прутки были подвергнуты 1, 4 и 8 циклам РКУП при температуре 400 °С на оснастке с квадратным поперечным сечением рабочего канала 14 × 14 мм и углом пересечения

каналов 90° . Прессование осуществляли по маршруту B_c , который заключается в повороте образца на угол 90° против часовой стрелки после каждого прохода РКУП. Эквивалентная степень деформации, рассчитанная по формуле (2.1) составила $\sim 1,16$.



Рис 2.1 Вид образцов, полученных после РКУП

2.2.2 Методика определение твёрдости

Твёрдость образцов измеряли методом Виккерса на твердомере Wolpert 402 MVD в соответствии с ГОСТ 2999 – 75 [2]. Перед измерением твердости производят осмотр образцов (изделий). Поверхность испытуемого образца должна иметь шероховатость не более $0,16 \text{ мкм}$ по ГОСТ 2789 - 73 и быть свободной от окисной плёнки и посторонних веществ [4]. При проведении испытаний была использована четырёхгранная алмазная пирамида с квадратным основанием и углом при вершине 136° . Число твёрдости (HV) рассчитывают по формуле:

$$HV = \frac{F}{S} = 0,189 \frac{F}{d^2} \quad (2.2.)$$

где d – среднеарифметическое значение для диагоналей отпечатка.

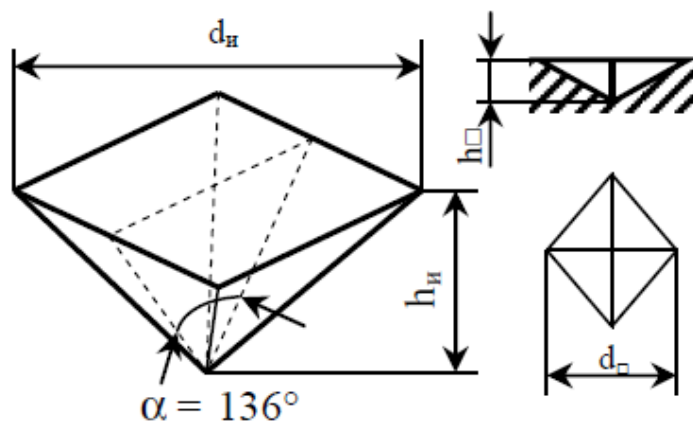


Рис.2.2 Четырехгранная пирамида с квадратным основанием

По технике безопасности твердомером и его компонентами не должны пользоваться дети и, люди, находящимися под воздействием алкоголя, наркотиков или лекарственных препаратов. Не разрешается использование (или допускается использование, но под руководством уполномоченного лица) твердомера и его компоненты лицами, не ознакомленным с инструкцией по эксплуатации.

2.2.3 Методика определения электропроводности

Удельную электрическую проводимость (далее электропроводность) определяли по ГОСТ 27333 – 87 при $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ вихретоковым методом, с использованием прибора измерения геометрических параметров «Константа К6», с относительной погрешностью измерения 2%. Электропроводность измерялась в % IACS (Internationa Annealed Copper Standard). Отожжённая

чистая медь имеет электропроводность 58 МСм/м (удельное электросопротивление 0,017241 мкОм × м) и соответствует значению 100 % IACS.

По технике безопасности техническое обслуживание прибора производится изготовителем в случае обнаружения неисправностей в работе. Исходя из указаний мер безопасности, питание прибора следует осуществлять от двух аккумуляторных батарей или элементов питания ААА Alcaline с номинальным напряжением от 1,0 до 1,5 В.

2.2.4 Методика исследования структуры

2.2.4.1 Растровая электронная микроскопия

Микроструктуру сплава исследовали при помощи растровых электронных микроскопов Quanta Nanosem 450 FEG и Quanta 600 FEG, оснащённых приставкой для получения изображений методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD).

Пластины толщиной 0,3 мм вырезанные из большего образца механически утоняли до толщины 100...150 мкм. С помощью ручного прессы вырезали заготовки диаметром 3 мм, вырезанные из центральной части заготовки (рис. 2.3).

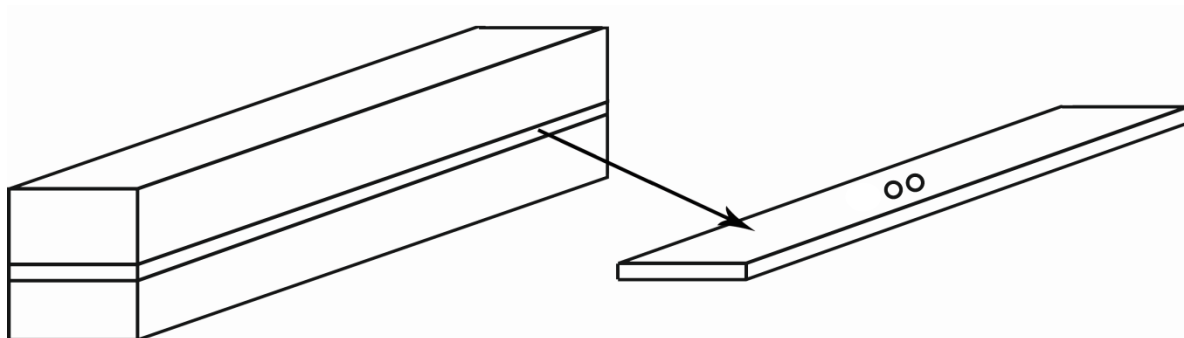


Рис. 2.3 Схема образцов для исследования

Электрохимическую полировку осуществляли на установке TenuPol – 5 фирмы Struers. Для электрополировки использовали электролит, содержащий 75% (массовых) C_2H_5OH (спирт) и 25 % HNO_3 (азотная кислота). Полировку проводили при температуре $-15...-10$ °С, напряжении 10 В в течение 30 сек. После полировки образцы промывали дистиллированной водой и подвергали сушке [24].

Полученный образец крепили с помощью проводящего серебряного клея на предметный столик, который устанавливали в камере микроскопа. Столик наклоняли под углом в 70° , вводили камеру, регистрирующую обратно рассеянные электроны.

Все виды микроскопов работают от электрической энергии, что является источником возможной опасности, которая при несоблюдении техники безопасности может привести к тяжелым последствиям.

К основным мерам защиты относятся:

- средства коллективной защиты;
- защитное заземление, зануление, отключение;
- использование малых напряжений;
- применение изоляции.

2.2.4.2 Определения параметров микроструктуры

С помощью программного обеспечения TSL OIM Analysis 5 рассчитывали средний угол разориентировки границ, долю большеугловых и малоугловых границ, строили гистограммы распределения зёрен по размеру и гистограммы распределения межзёренных границ.

Полученные с помощью растровой электронной микроскопии фотографии были использованы для оценки среднего размера зёрен/субзёрен.

Средний размер зёрен определяли методом случайных секущих. Для этого проводили случайные секущие, и считали количество пересечений

границ с ними. Средний размер зёрен определяли как отношение длины секущей к количеству точек пересечения:

$$\bar{d} = \frac{l}{m}, \quad (2.3)$$

где \bar{d} – среднее значение размера зёрен, l – длина секущей, m – количество пересечений секущей с границами зёрен.

Плотность дислокаций рассчитывали по формуле [31]:

$$\rho = \frac{2 \cdot \theta}{b \cdot h}, \quad (2.4)$$

где θ – угол разориентировки малоугловой границы, b – вектор Бюргерса, h – шаг сканирования при получении EBSD карт, мкм.

Глава 3 Результаты исследования и их обсуждение

3.1 Эволюция микроструктуры низколегированной бронзы в процессе интенсивной пластической деформации

Интенсивная пластическая деформация осуществлялась методом равноканального углового прессования (РКУП). Интенсивной пластической деформации были подвергнуты закалённые и состаренные образцы низколегированной медной бронзы. Было проведено изучение влияния ИПД на образование нанокристаллической и/или субмикроструктурной структуры, механические свойства и электропроводность.

Значение величин среднего размера зёрен, зёрен/субзёрен, средней разориентировки, плотности дислокаций и доли большеугловых границ в различных состояниях приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1

Параметры микроструктуры

Состояние	Средний размер зёрен D, мкм	Средний размер зёрен/ субзёренд, мкм	Средняя разориенти- ровка θ , °	Плотность дислокаций ρ , $\text{м}^{-2} \times 10^{14}$	Доля больше- угловых гранец
Закалка + РКУП 1 проход	30,41	5,12	7,77	5,62	0,15
Закалка + РКУП 4 прохода	0,96	0,55	23,79	6,71	0,57
Закалка + РКУП 8 проходов	0,69	0,53	32,42	1,29	0,75
Закалка + старение + РКУП 1 проход	45,06	6,76	5,63	4,57	0,17
Закалка + старение + РКУП 4 прохода	1,13	0,79	21,10	7,80	0,48
Закалка + старение + РКУП 8 проходов	1,01	0,53	23,28	2,11	0,53

3.1.1 Структурные изменения низколегированной бронзы после 1 прохода РКУП

На рисунке 3.1 представлена микроструктура низколегированного медного сплава после интенсивной пластической деформации после 1 прохода РКУП. На рисунке (рис. 3.1) черным цветом выделены большеугловые границы (более 15°), а белым цветом – малоугловые границы (от 2 до 15°).

На рисунке 3.2 показаны гистограммы распределения зёрен по размеру и разориентировок границ после 1 прохода РКУП.

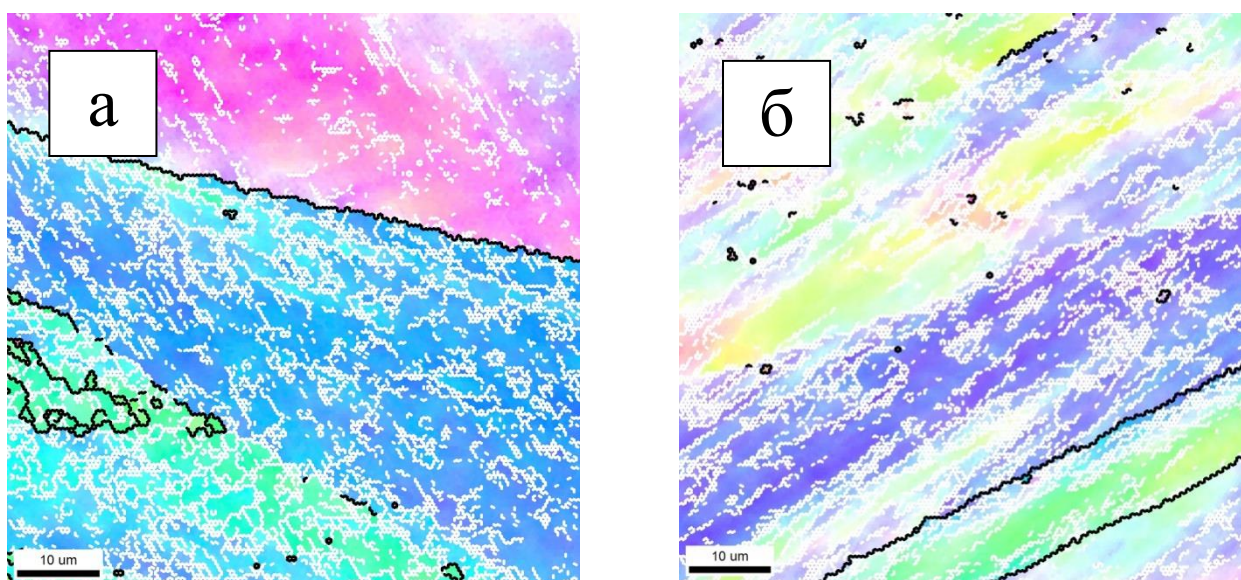


Рис. 3.1 Микроструктура а) закалённого Cu – Cr – Zr – Y сплава после 1 прохода РКУП; б) состаренного Cu – Cr – Zr – Y сплава после 1 прохода РКУП

В ходе деформации теряется равноосность зёренной структуры: происходит вытягивание зёрен в направлении течения металла. Наблюдается образование полос микросдвига, внутри которых локализуется деформация и начинается процесс формирования мелкозернистой структуры.

Микроструктура характеризуется высокой плотностью дефектов. Плотность дислокаций высокая и составляет: $5,62 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (закалённое состояние), $4,57 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (состаренное состояние).

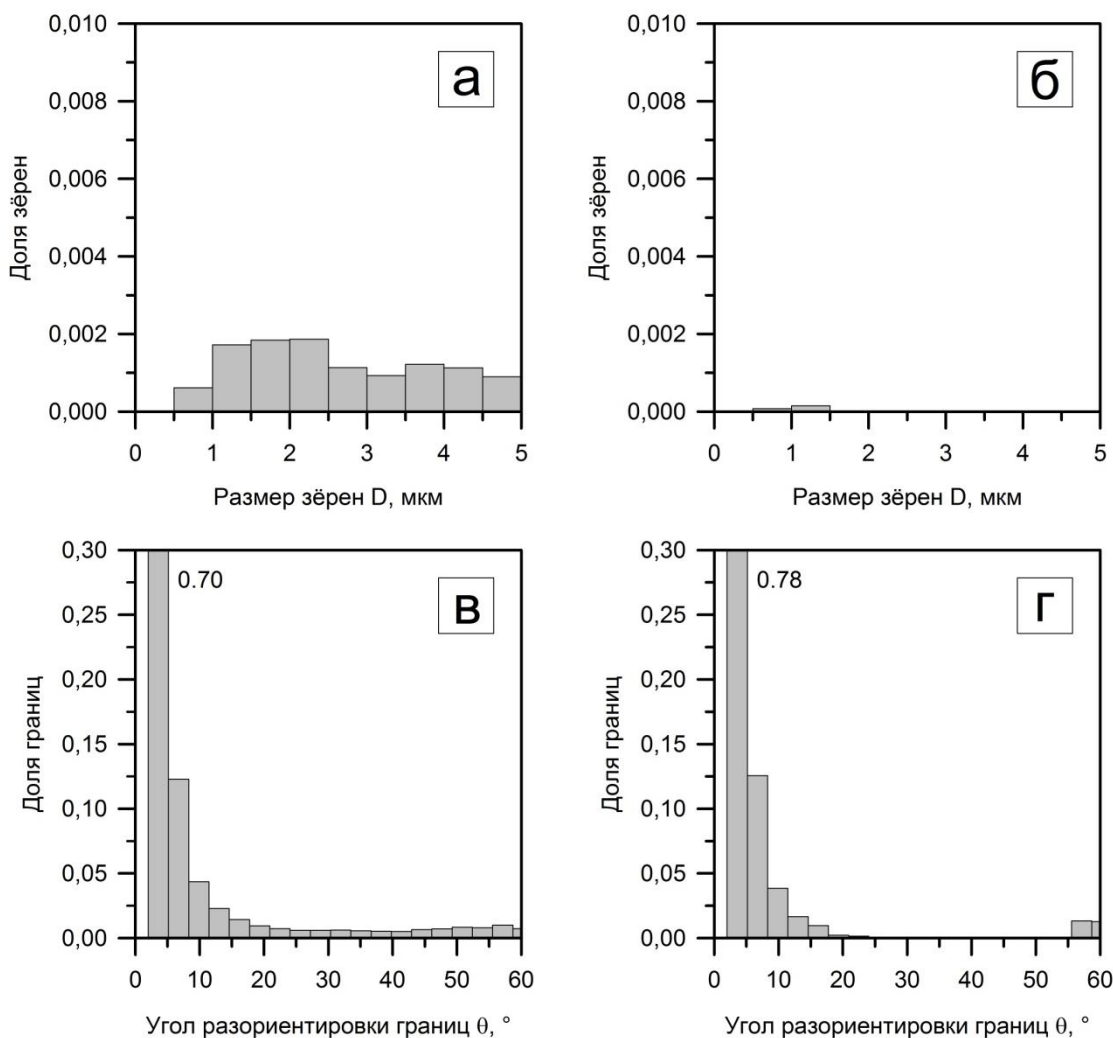


Рис. 3.2 Гистограммы распределения зёрен по размеру а) закалённого сплава после 1 прохода РКУП и б) состаренного сплава после 1 прохода РКУП; в) гистограммы распределения углов разориентировки границ закалённого и г) состаренного сплава после 1 прохода РКУП

Заметим, что средний размер зёрен после 1 прохода РКУП в закалённом состоянии меньше, чем в состаренном, и равен 5,12 мкм и 6,76 мкм, соответственно. При этом доля зёрен, средний размер которых меньше 5 мкм, заметно выше в закалённом состоянии.

После 1 прохода РКУ прессования в структуре преобладают границы с углом разориентировки от 2 до 5°, и их доля составляет 0,7 и 0,78 для закалённого и состаренного состояний, соответственно. Доля высокоугловых границ низкая, и составляет для закалённого и состаренного состояния 0,15 и 0,17, соответственно.

3.1.2 Структурные изменения низколегированной бронзы после 4 прохода РКУП

Изображения микроструктуры низколегированного медного сплава после РКУП после 4 прохода представлены на рисунке 3.3

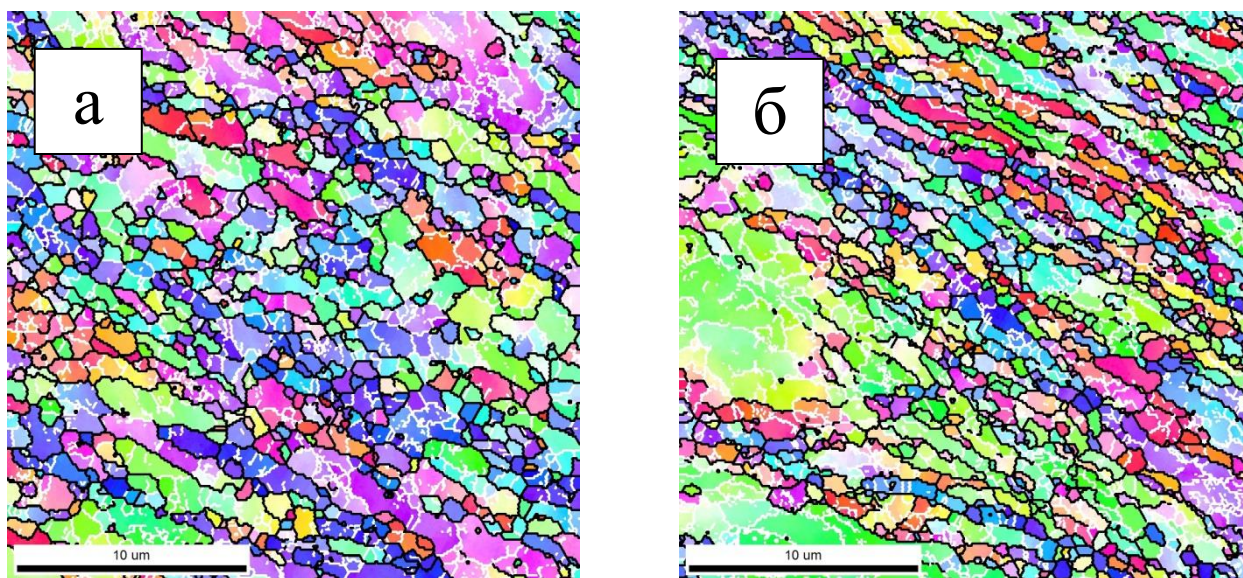


Рис. 3.3 Микроструктура а) закалённого сплава после 4 прохода РКУП; б) состаренного сплава после 4 прохода РКУП

Зёрна/субзёрна вытянуты вдоль течения металла, средний размер: в закалённом состоянии – 0,55 мкм, в состаренном – 0,79 мкм. Средняя плотность внутризёренных дислокаций для закалённого состояния равна $6,71 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$, для состаренного – $7,80 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

С ростом степени деформации происходит дальнейшее измельчение зерен. Формирование мелкозернистой структуры внутри полос

микродеформации проходит интенсивно. Значение среднего размера зерна для закалённого и состаренного состояния примерно равны и составляют 0,96 мкм и 1,13 мкм соответственно.

На рисунке 3.4 показаны гистограммы распределения зёрен по размеру и разориентировок границ после 4 прохода РКУП.

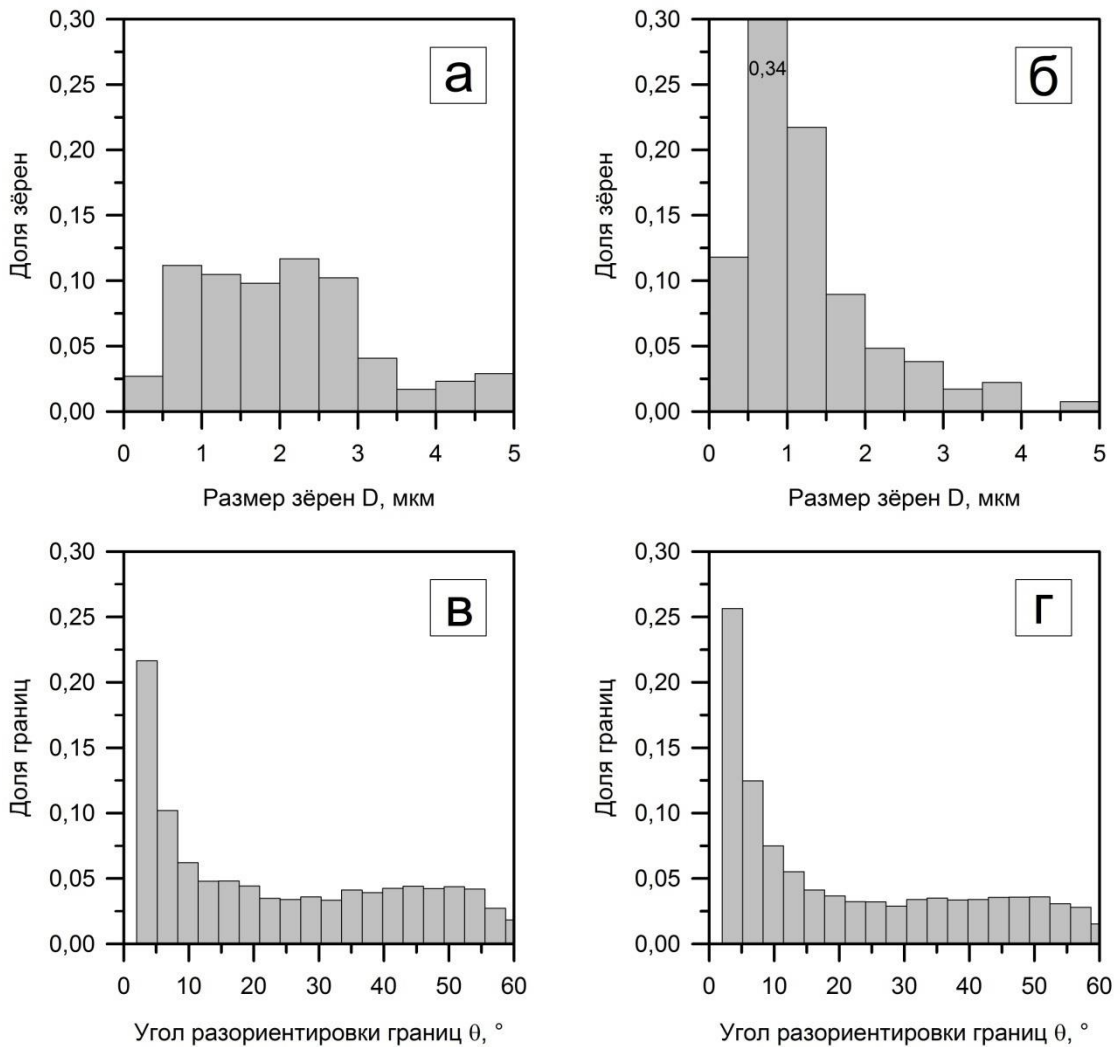


Рис. 3.4 Гистограммы распределения зёрен по размеру а) закалённого сплава после 4 прохода РКУП и б) состаренного сплава после 4 прохода РКУП; в) гистограммы распределения углов разориентировки границ закалённого и г) состаренного сплава после 4 прохода РКУП

Доля зёрен с размером менее 5 мкм возросла особенно возросла в состаренном состоянии, и составила 0,34, в то время как для закалённого она составляет 0,11. Зёрна размером более 15 мкм практически отсутствуют. Доля границ с углом разориентировки менее 15° уменьшилась, и теперь составляет 0,22 и 0,25 для закалённого и состаренного состояний, соответственно. Кроме того, доля большеугловых границ возросла как в закалённом, так и в состаренном состоянии.

3.1.3 Структурные изменения низколегированной бронзы после 8 прохода РКУП

Изображение микроструктуры сплава после 8 прохода РКУП представлено на рисунке 3.5.

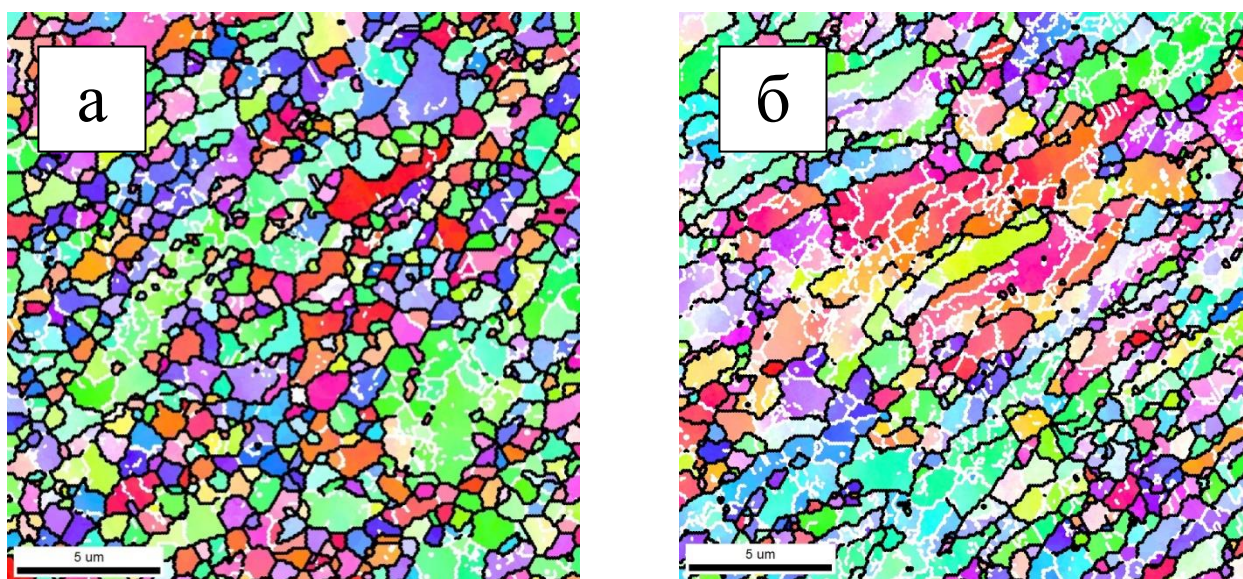


Рис. 3.5 Микроструктура а) закалённого сплава после 8 прохода РКУП; б) состаренного сплава после 8 прохода РКУП

Увеличение степени деформации привело к сохранению металлографической текстуры: зерна вытянуты по направлению течения металла. Зёрен, размером больше 5 мкм, почти не наблюдается. Средний размер зёрен после закалки равен 0,69 мкм, после старения – 1,01 мкм.

Доля высокоугловых границ возрастает. Отметим, что доля большеугловых границ в закалённом состоянии составила 0,75, а в состаренном состоянии 0,53. Средний угол разориентировки границ тоже возрастает, и составляет 32° для закалённого и 23° для состаренного состояния. Плотность дислокаций высокая и составляет: $1,29 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (закалённое состояние), $2,11 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (состаренное состояние).

На рисунке 3.6 показаны гистограммы распределения зёрен по размеру и разориентировок границ после 8 прохода РКУП.

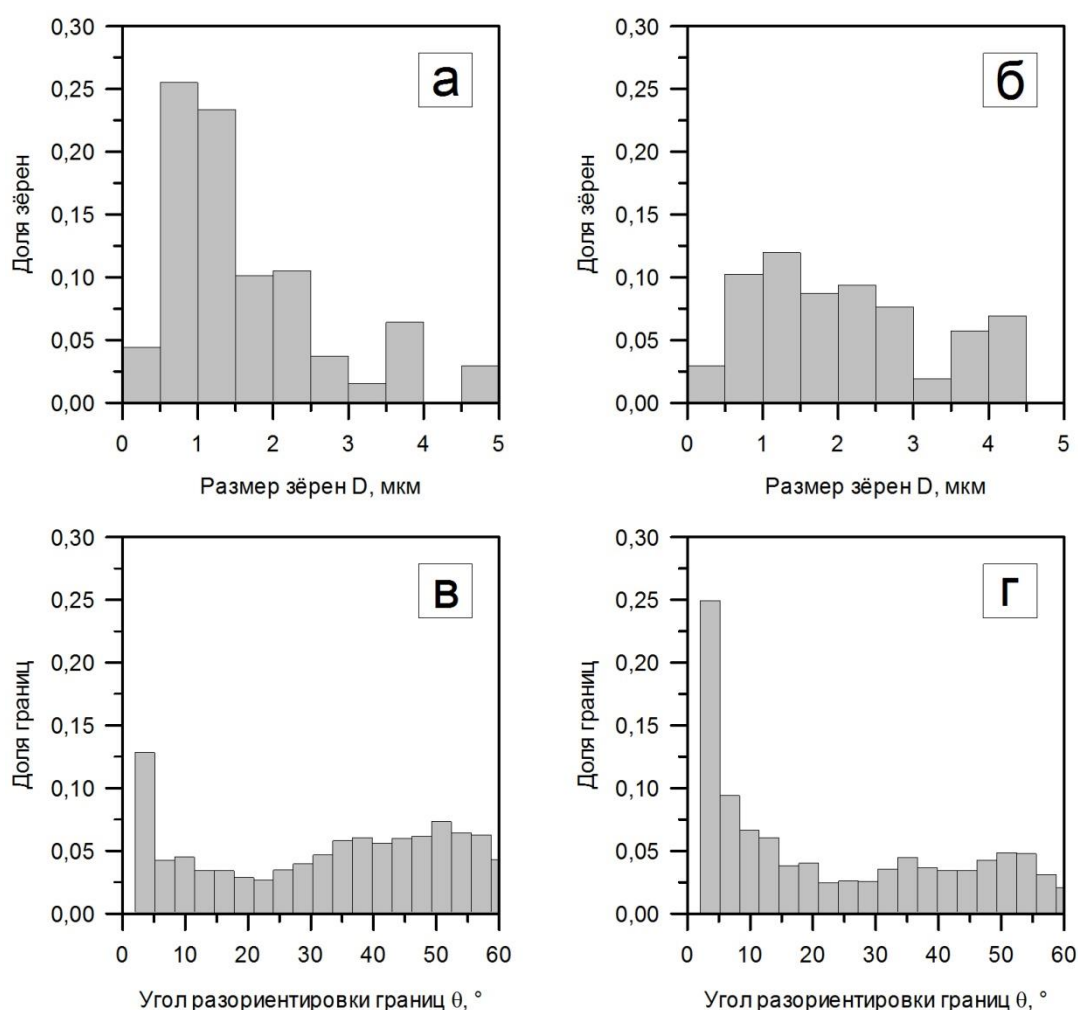


Рис. 3.6 Гистограммы распределения зёрен по размеру а) закалённого сплава после 8 прохода РКУП и б) состаренного сплава после 8 прохода РКУП; в) гистограммы распределения углов разориентировки границ закалённого и г) состаренного сплава после 8 прохода РКУП

Пик на гистограмме распределения зёрен по размеру сместился в область зёрен размером менее 1 мкм, и его доля составила 0,25. Тогда как в состаренном состоянии эта доля уменьшилась до 0,10. Значение угла разориентировки границ уменьшилось до 0,13 для закалённого состояния, и оставшись без изменения для состаренного. Пик в области большеугловых границ стал более выраженным.

Если проследить тенденцию изменения гистограмм распределения зёрен и углов разориентировки, то мы сможем заметить, что увеличение угла разориентировки с уменьшением среднего размера зерна происходит плавно, а не скачкообразно, что может свидетельствовать о протекании в материале динамической рекристаллизации.

Ниже представлены графики изменения среднего размера зёрен и зёрен/субзёрен в процессе интенсивной пластической деформации (рис. 3.7).

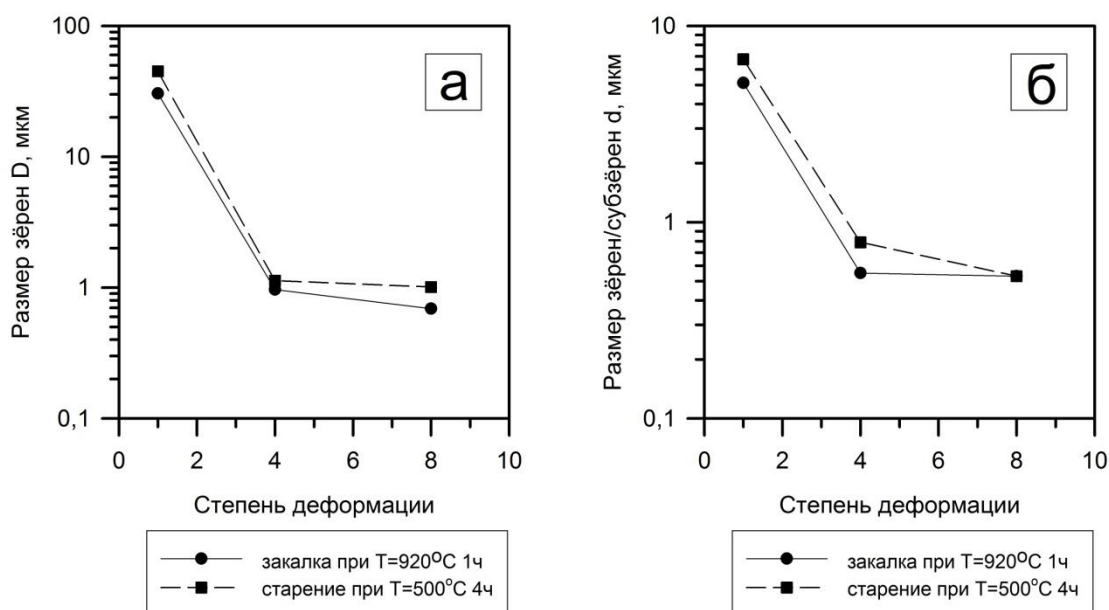


Рис. 3.7 а) Изменение среднего размера зёрен в процессе ИПД. б) Изменение среднего размера зёрен/субзёрен в процессе ИПД

На начальных стадиях деформации происходит существенное измельчение зерна. Отметим, что измельчение в предварительно закалённом

материале происходит более интенсивно. Такой эффект можно объяснить выделением мелкодисперсных частиц в матрице в процессе деформации, что наблюдалось в работе Hikaru Watanabe [27], которые являются дополнительными барьерами для движущихся дислокаций. Наличие таких барьеров приводит к повышению напряжения течения в отдельном зерне, в следствие чего происходит делокализация деформации, она начинает протекать в большем объеме материала, увеличивается однородность деформации, снижается средний размер зерен.

После 4 прохода средний размер зерен снижается не так значительно, но при этом среднее значение размера зерна падает в 4 раз по сравнению со средним размером зерна после 1 прохода для закалённого материала, и в 3 раза для состаренного материала. С увеличением степени деформации происходит дальнейшее снижение среднего размера зерен. Также с увеличением степени деформации пик на гистограммах распределения зерен по размерам смещается в область уменьшения среднего размера зерна.

Изменение плотности внутризеренных дислокаций в процессе деформации отражено на рис. 3.8.

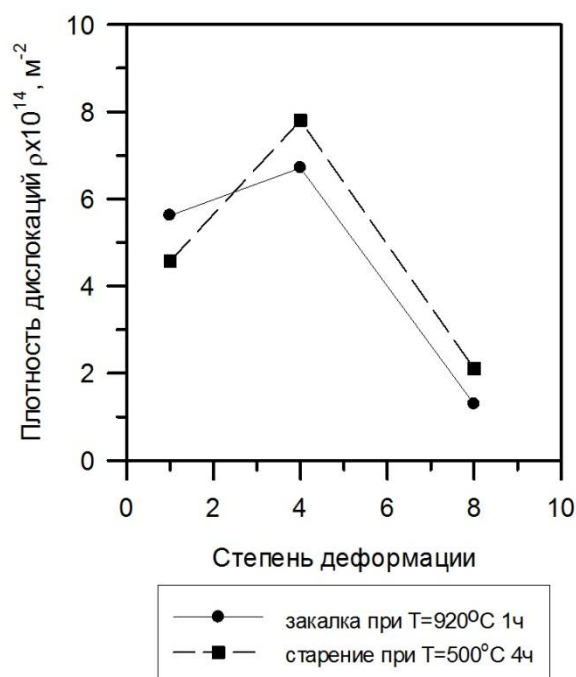


Рис. 3.8 Изменение плотности внутризеренных дислокаций в процессе ИПД

После относительно небольших деформаций происходит рост плотности дислокаций. Максимальная плотность дислокаций в закалённом и состаренном сплаве наблюдается после 4 приходов РКУП и составляет 6,71 и 7,80, соответственно. Дальнейшая деформация приводит к уменьшению плотности внутризеренных дислокаций для двух состояний материала. При этом значения плотности дислокаций находятся в пределах погрешности друг друга.

В процессе деформации происходит изменение количественных характеристик межзеренных (субзеренных) границ (рис. 3.9).

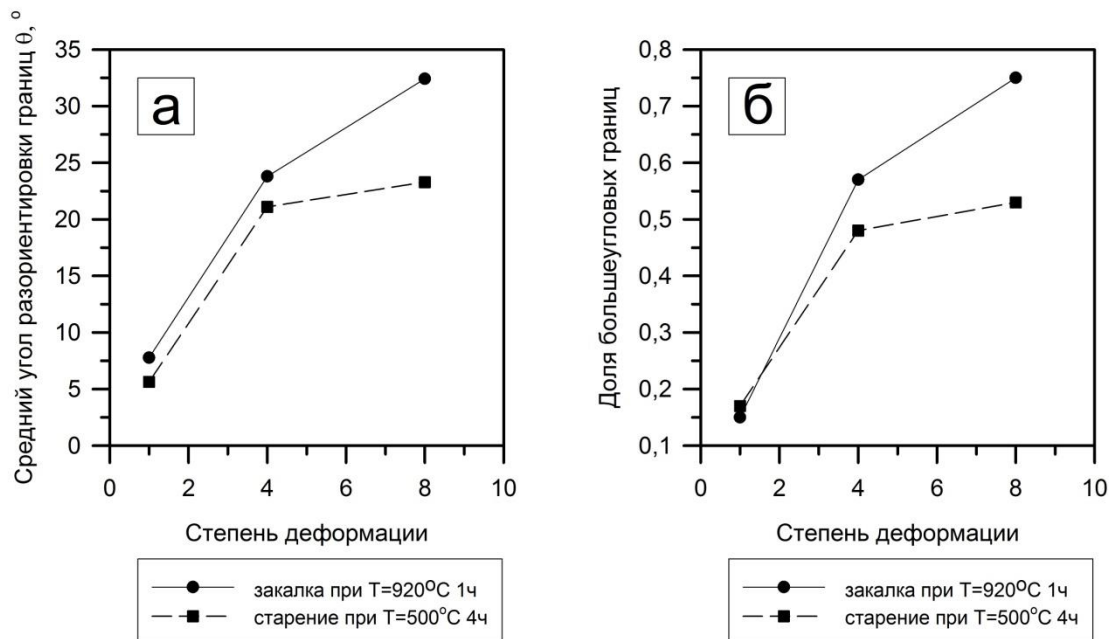


Рис. 3.9 а) Зависимость среднего угла разориентировки от степени деформации. б) Изменение доли большеугловых границ в процессе ИПД

В процессе интенсивной пластической деформации средний угол разориентировки границ возрастает. Так, на начальном этапе деформации он находился в области малоугловой разориентировки, но с ростом степени деформации он увеличивает свое значение и достигает значений большеугловой разориентировки. В работе Zhrebtsova S. V. был предложен следующий механизм увеличения разориентировки субграниц деформационного происхождения [28]. В процессе деформации дислокации входят в малоугловые границы, адсорбируются ими и постепенно увеличивают разориентировку границ, повышая, таким образом, средний угол разориентировки. Постепенно малоугловые границы трансформируются в большеугловые, таким образом, доля большеугловых границ в материале увеличивается. Изменение доли большеугловых границ для закалённого и состаренного материала после 4 прохода сходно и составляет примерно 0,57 и 0,48, дальнейшая деформация приводит к значительному росту средней разориентировки в закалённом состоянии и к слабому

увеличению разориентировки для состаренного сплава до 0,75 и 0,53, соответственно.

Если проследить тенденцию изменения гистограмм распределения зёрен и углов разориентировки, то мы сможем заметить, что увеличение угла разориентировки с уменьшением среднего размера зерна происходит плавно, а не скачкообразно, что может свидетельствовать о протекании в материале динамической рекристаллизации.

3.2 Изменение физико–механических свойств низколегированной бронзы в процессе равноканального углового прессования

Структурные преобразования материала ведут к изменению физико – механических свойств сплава. Для медного сплава системы Cu – Cr – Zr – Y основными эксплуатационными характеристиками являются: прочностные – предел текучести, предел прочности, пластические – относительное удлинение, а также электропроводность.

В таблице 3.2 представлены данные прочностных, пластических характеристик и электропроводности низколегированной бронзы в закалённом и состаренном состоянии после 1, 4 и 8 проходов РКУП.

Таблица 3.2

Физико – механические свойства сплава

Состояние	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности σ_B , МПа	Относительное удлинение δ , %	Электропроводность IACS, %
Закалка	80±5	215±5	72±5	55±2
Закалка + РКУП 1 проход	285±10	310±5	27±1	55±1
Закалка + РКУП 4 прохода	365±5	385±5	26 ±1	60±1
Закалка + РКУП 8 проходов	405±5	440±5	24±4	62±2
Закалка + старение	90±10	200±10	77±5	82±2
Закалка + старение + РКУП 1 проход	280±10	305±5	23±5	76±1
Закалка + старение + РКУП 4 прохода	350±10	375±10	22±5	79±1
Закалка + старение + РКУП 8 проходов	400±10	415±15	21±5	78±3

3.2.1 Изменение механических характеристик в ходе ИПД

Изменения механических свойств сплава в процессе интенсивной пластической деформации иллюстрирует рис.3.10.

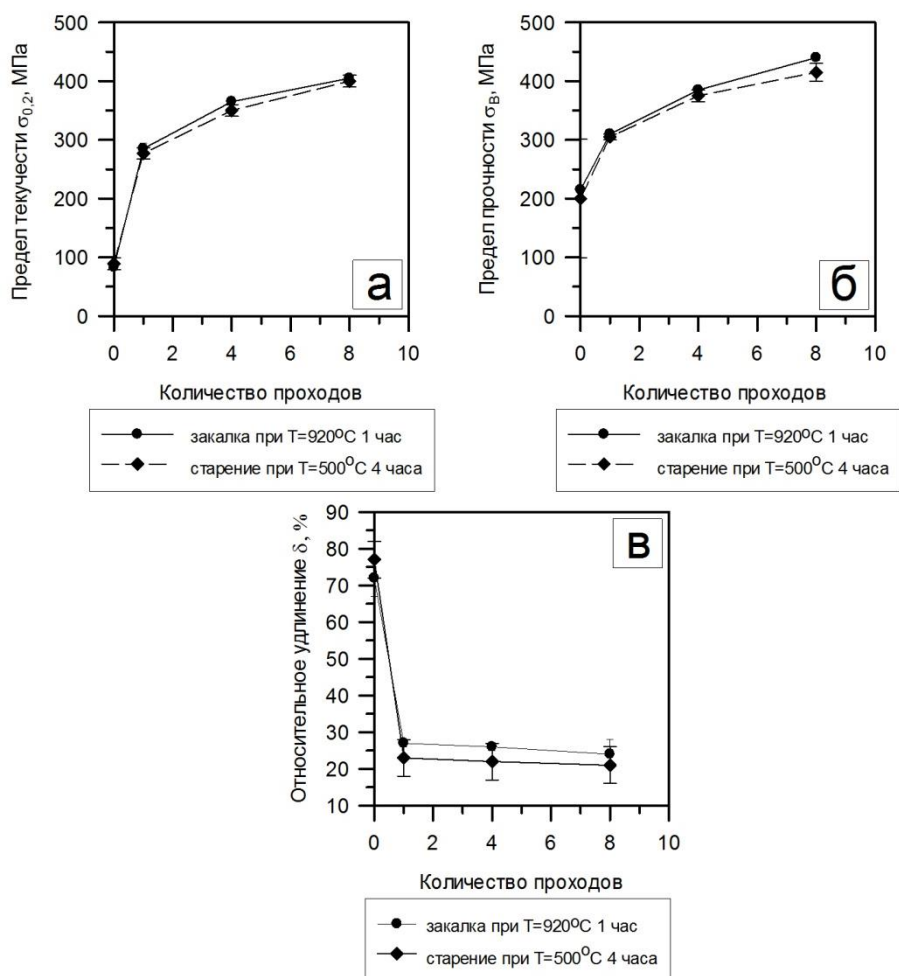


Рис. 3.10 Изменение прочностных и пластических характеристик (а) предела текучести, б) предела прочности, в) относительного удлинения в ходе деформации.

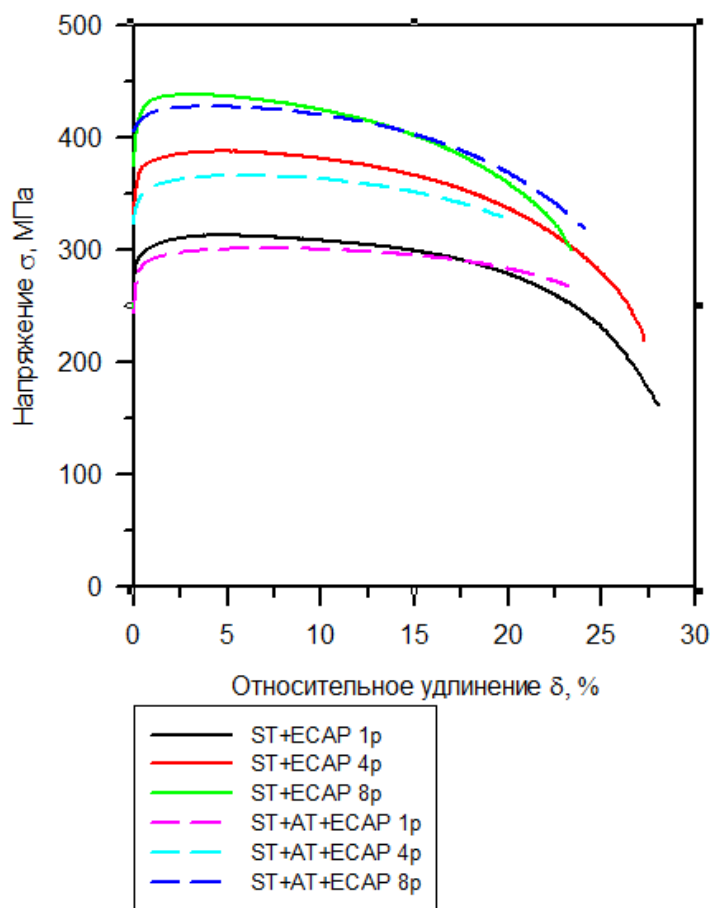


Рис.3.11 Типичные кривые напряжение – деформация для сплава низколегированной бронзы после различных термомеханических обработок

Пластическая деформация способствует увеличению прочностных характеристик сплава. Уже после 1 прохода происходит повышение предела текучести для закалённого и состаренного состояний. При этом значение пределов текучести закалённого и состаренного материала находится в пределах погрешности друг друга и примерно равны 280 МПа. Предел прочности для двух состояний также схож и равен 310 МПа. Отметим, что после 1 прохода РКУП происходит резкое снижение коэффициента деформационного упрочнения.

С ростом степени деформации предел текучести и предел прочности закалённого сплава растет более интенсивно, чем в состаренном состоянии.

Такой эффект можно связать с разницей в размерах зерен для закалённого и состаренного материала.

После 4 прохода, в соответствии с законом Холла – Петча предел текучести для закалённого состояния должен быть выше, чем для состаренного, что и наблюдается в испытании. Предел текучести в закалённом и состаренном состоянии после 8 проходов составляет 405 и 400 МПа соответственно, предел прочности – 440 и 415 МПа. С ростом степени деформации происходит падение пластичности. Относительное удлинение после 8 прохода составляет 24 % (закалённый сплав) и 21% (состаренный сплав).

3.2.2 Изменение электропроводности в ходе ИПД

Пластическая деформация влияет на показатели электропроводности медного сплава (рис. 3.12).

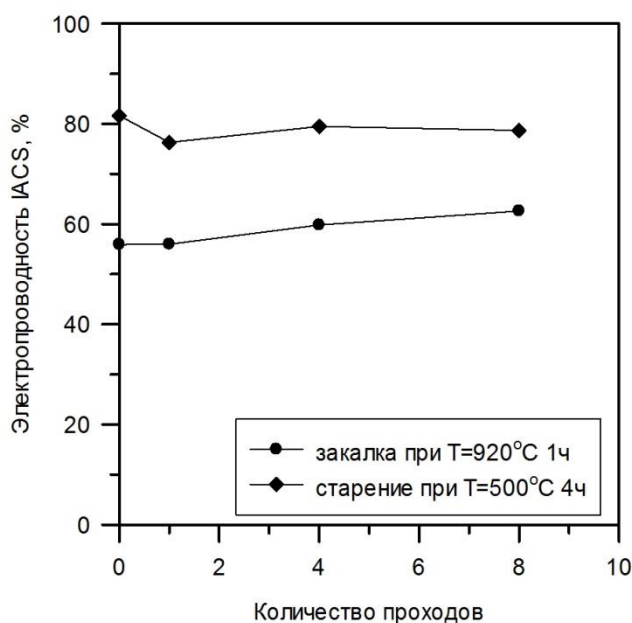


Рис. 3.12 Изменение электропроводности в процессе ИПД

Характер изменения электропроводности для состаренного и закалённого состояний фактически не отличается. Рост электропроводности происходит и в закалённом, и в состаренном состояниях. Рост характеристик может быть связан с распадом пересыщенного твердого раствора матрицы: обеднением его атомами легирующих элементов и образованием частиц [30]. Однако, повышение электропроводности, для состаренного состояния после 4 проходов деформации, прекращается. В то время как рост электропроводности закалённого сплава продолжается. В состаренном состоянии после 8 проходов РКУП электропроводность на 18 % IACS выше, чем в закалённом, и составляет 78 % IACS.

3.3 Эволюция микроструктуры низколегированной бронзы после отжигов

Отжиг Cu – Cr – Zr – Y сплавов после равноканального углового прессования проводят с целью стабилизации сформированной субмикроструктурной структуры, выделения дисперсных упрочняющих частиц и повышения электрической проводимости

Значение величин среднего размера зёрен, зёрен/субзёрен, средней разориентировки, плотности дислокаций и доли большеугловых границ после отжига при температуре $T = 400, 500$ и 600 °C в различных состояниях приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.3

Параметры микроструктуры

Состояние	Средний размер зёрен D, мкм	Средний размер зёрен/ субзёрен d, мкм	Средняя разориентировка θ , °	Плотность дислокаций ρ , $\text{м}^{-2}\rho \times 10^{14}$	Доля большеугловых границ
Закалка+отжиг при T=400 °C	0,6	0,4	27,6	1,9	0,5
Закалка+отжиг при T=500 °C	0,6	0,3	23,5	3,0	0,9
Закалка+отжиг при T=600 °C	2,1	1,8	42,7	2,2	0,6
Закалка+старение+ отжиг при T=400 °C	0,6	0,3	23,3	3,3	1,0
Закалка+старение+ отжиг при T=500 °C	0,8	0,5	21,8	3,2	0,7
Закалка+старение+ отжиг при T=600 °C	2,7	2,5	42,5	2,2	0,6

3.3.1 Структурные изменения низколегированной бронзы после постдеформационного отжига при температуре $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$

На рисунке 3.13 представлена микроструктура низколегированного медного сплава Cu – Cr – Zr – Y после отжига при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$.

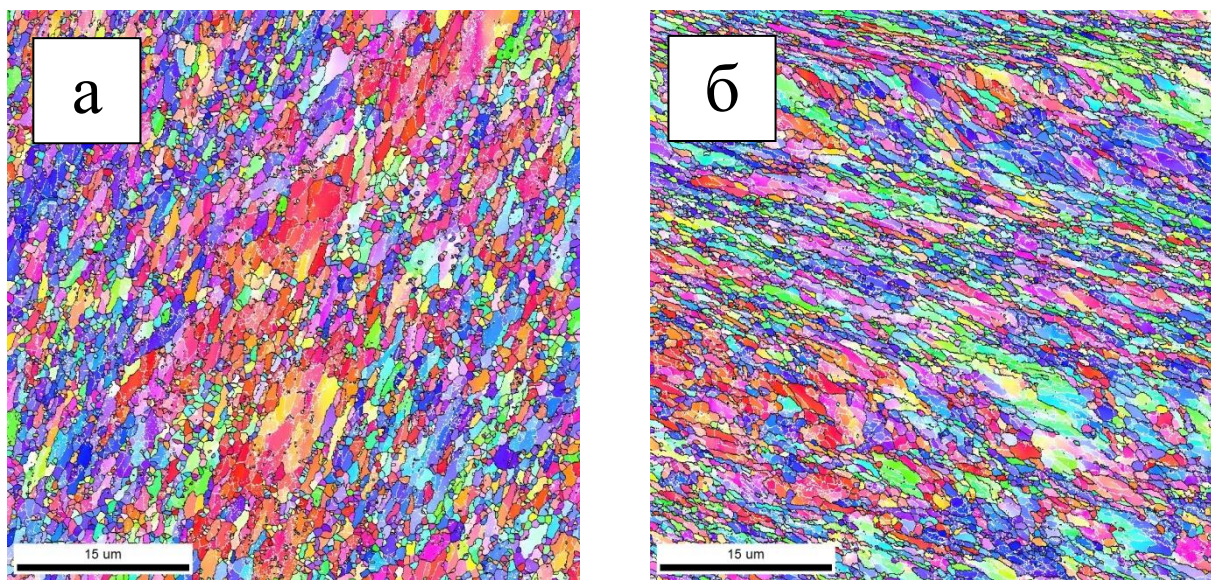


Рис. 3.13 Микроструктура а) закалённого Cu – Cr – Zr – Y сплава и б) состаренного Cu – Cr – Zr – Y сплава после отжига при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$

Средний размер зёрен у закалённого и состаренного состояния одинаков и равен 0,6 мкм, размер субзёрен для закалённого составил 0,4 мкм, для состаренного – 0,3 мкм. После отжига при температуре $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ происходит дальнейшее уменьшение зёрен деформированной структуры, которое связано с тем, что дислокации заходят в границы, тем самым уменьшая средний размер зерна. Плотность дислокаций для закалённого – $1,9 \times 10^{14}\text{ м}^{-2}$ и для состаренного – $3,3 \times 10^{14}\text{ м}^{-2}$.

На рисунке 3.14 представлена гистограмма распределения зёрен по размеру и разориентировок границ после отжига при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$.

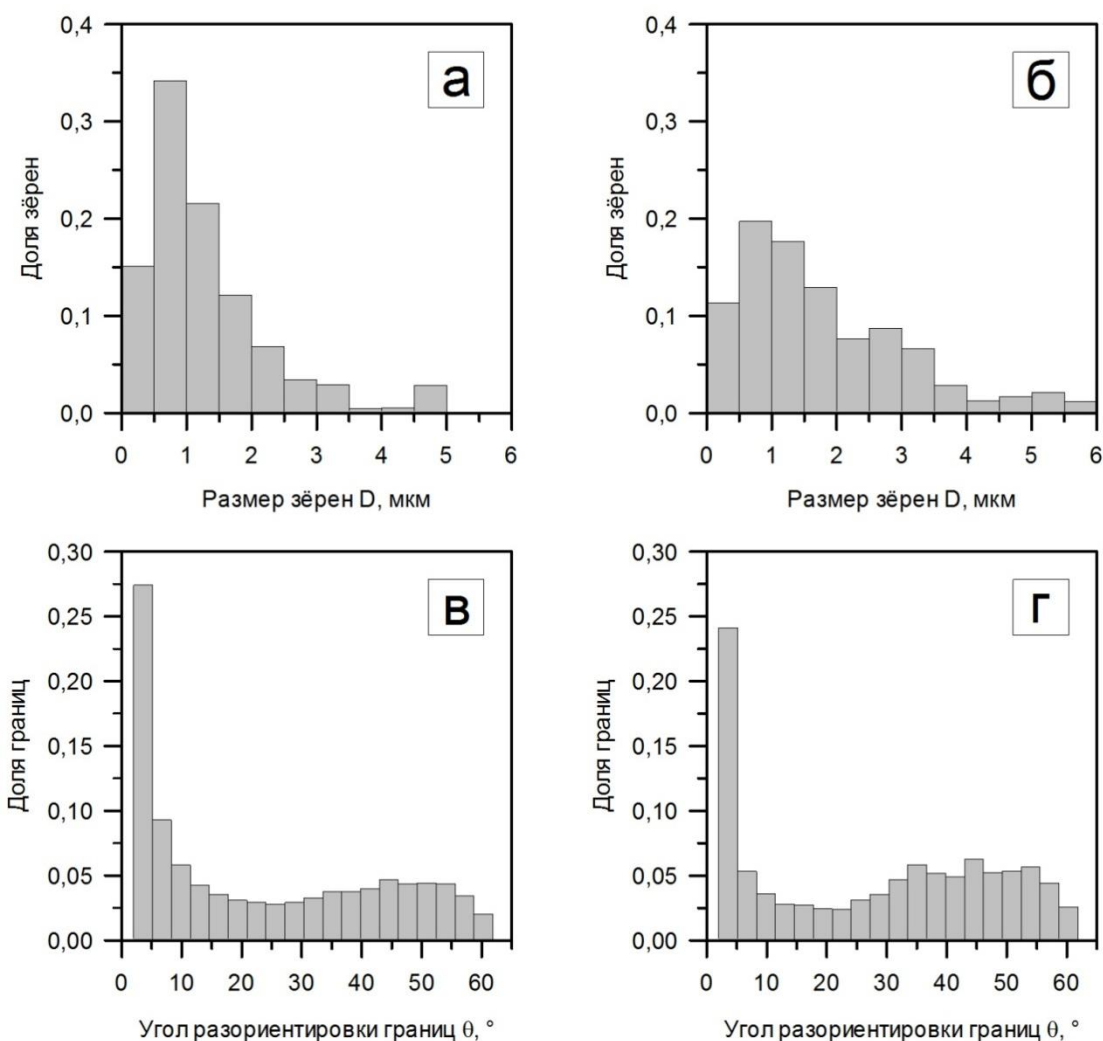


Рис. 3.14 Гистограммы распределения зёрен по размеру а) закалённого сплава после и б) состаренного сплава после отжига при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$; в) гистограммы распределения углов разориентировки границ закалённого и г) состаренного сплава после отжига при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$

Доля зёрен размером менее 1 мкм по –прежнему велика, особенно для состаренного состояния, и составила 0,35, а для закалённого состояния 0,2. Гистограмма распределения углов разориентировки границ от доли границ как для закалённого, так и для состаренного состояний, носит бимодальный характер, пики для обоих состояний находится в области малоугловых границ, и составляет 0,27 и 0,24, соответственно. Средний угол

разориентировки для закалённого и состаренного состояний составил $27,6^\circ$ и $23,3^\circ$, соответственно.

3.3.2 Структурные изменения низколегированной бронзы после постдеформационного отжига при $T = 500^\circ\text{C}$

На рисунке 3.15 представлена микроструктура низколегированного медного сплава Cu – Cr – Zr – Y после отжига при $T = 500^\circ\text{C}$.

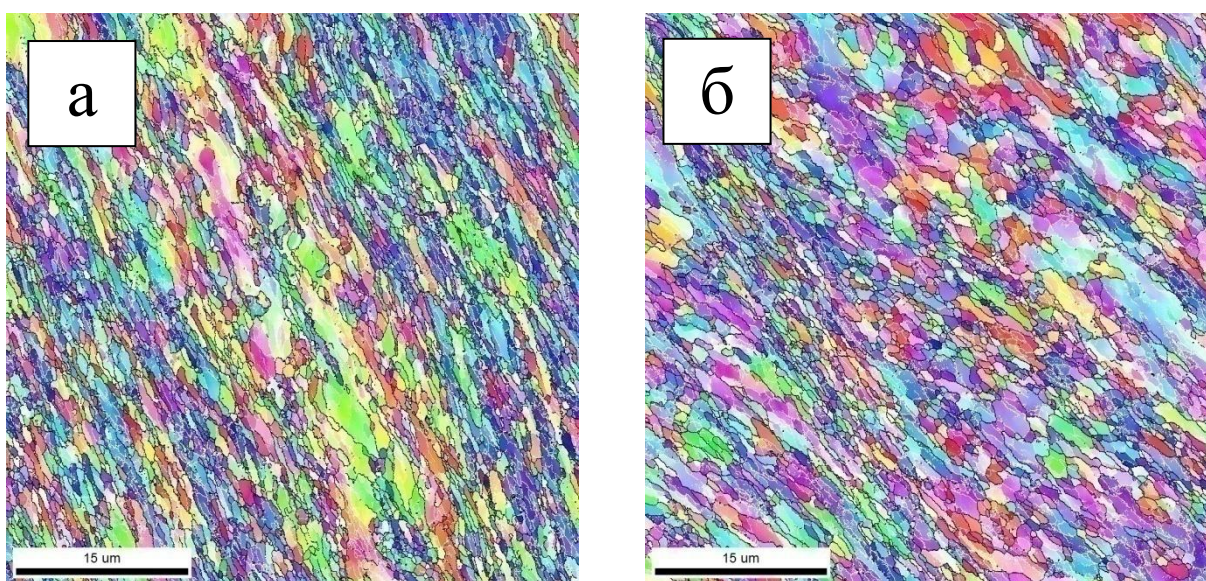


Рис. 3.15 Микроструктура а) закалённого Cu – Cr – Zr – Y сплава и б) состаренного Cu – Cr – Zr – Y сплава после отжига при $T = 500^\circ\text{C}$

Средний размер зёрен для закалённого и состаренного состояния соответственно равен 0,6 и 0,8 мкм, размер субзёрен для закалённого составил 0,3 мкм, для состаренного – 0,5 мкм. Плотность дислокаций мало отличается, и равна для закалённого $3,0 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и для состаренного $3,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

После отжига при температуре $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ морфологически микроструктура не отличается от деформированной, другими словами, отжиг при $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ не приводит к развитию рекристаллизационных процессов.

На рисунке 3.16 представлена гистограмма распределения зёрен по размеру и разориентировок границ после отжига при $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

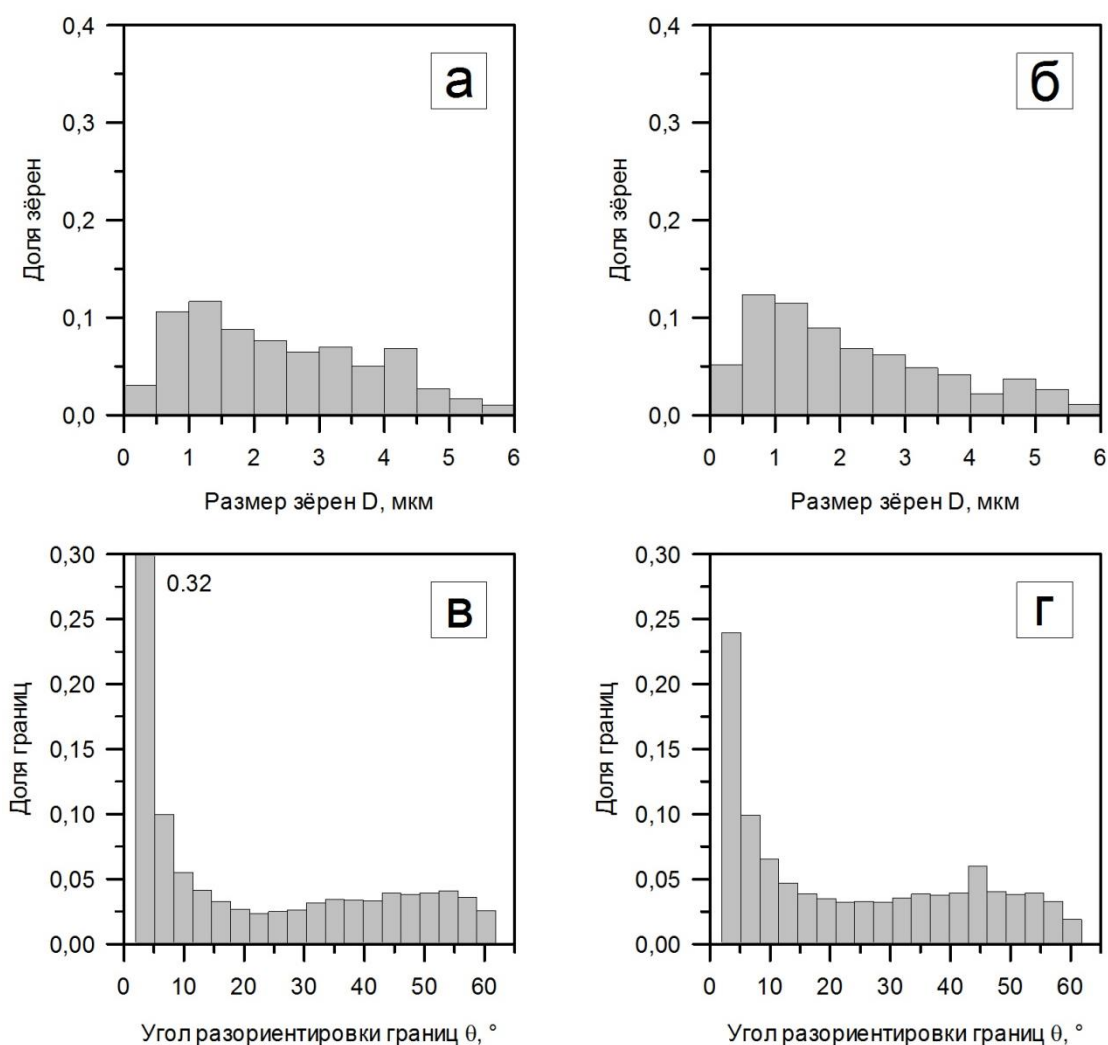


Рис. 3.16 Гистограммы распределения зёрен по размеру а) закалённого сплава и б) состаренного сплава после отжига при $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$; в) гистограммы распределения углов разориентировки границ закалённого и г) состаренного сплава после отжига при $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$

Доля зёрен размером менее 1 мкм составила 1,1 как для закалённого состояния, так и для состаренного. Гистограмма распределения углов разориентировки границ от доли границ для обоих состояний, так же как и при 400 °С, носит бимодальный характер. Средний угол разориентировки для закалённого и состаренного состояний составил 23,5° и 21,8°, соответственно. Пик на гистограмме наблюдается в области малоугловых границ, и составляет 0,32 (для закалённого) и 0,24 (для состаренного).

3.3.3 Структурные изменения низколегированной бронзы после постдеформационного отжига при $T = 600\text{ °C}$

На рисунке 3.17 представлена микроструктура низколегированного медного сплава Cu – Cr – Zr – Y после отжига при $T = 600\text{ °C}$.

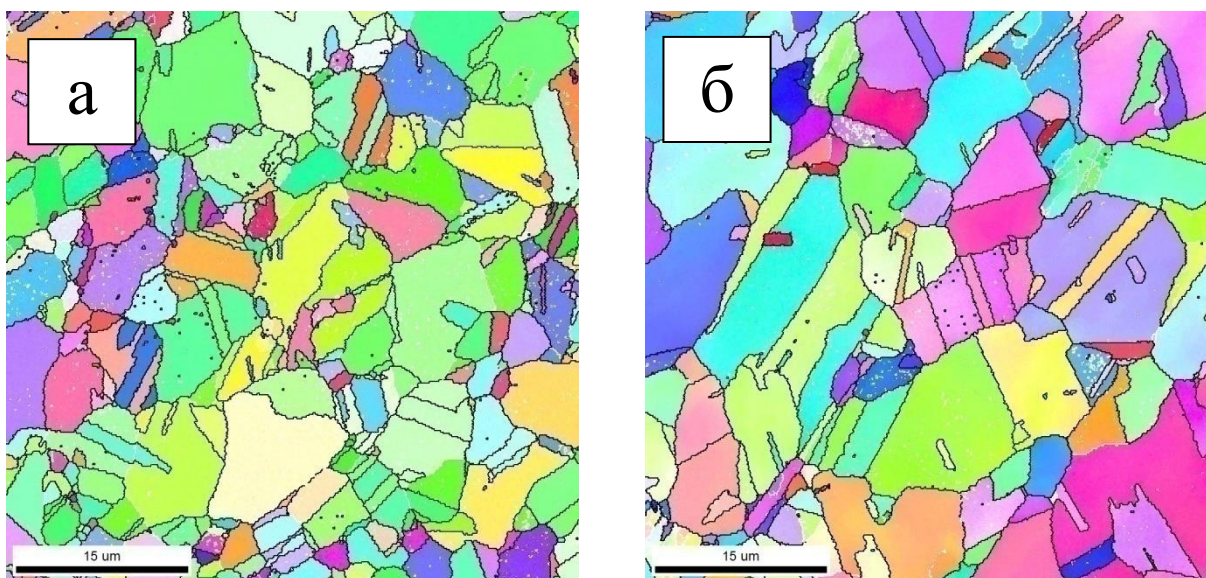


Рис. 3.17 Микроструктура а) закалённого Cu – Cr – Zr – Y сплава и б) состаренного Cu – Cr – Zr – Y сплава после отжига при $T = 600\text{ °C}$

После отжига при температуре $T = 600\text{ °C}$ наблюдается много двойников отжига ($\theta \approx 60^\circ$).

Средний размер зёрен для закалённого и состаренного состояния соответственно равен 2,1 и 2,7 мкм, размер субзёрен для закалённого составил 1,8 мкм, для состаренного – 2,5 мкм. Плотность дислокаций имеет одинаковые значения, и равна $2,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

На рисунке 3.18 представлена гистограмма распределения зёрен по размеру и разориентировок границ после отжига при $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$.

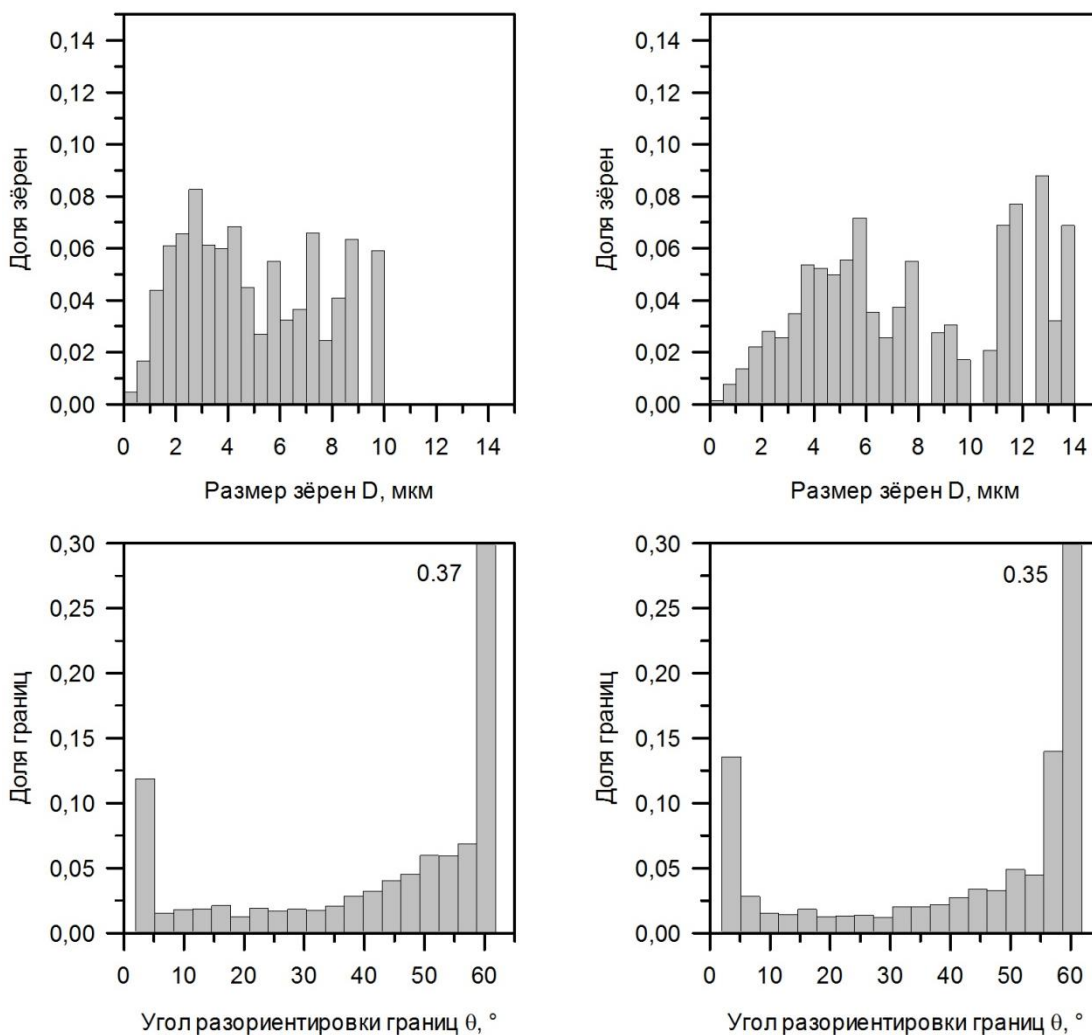


Рис. 3.18 Гистограммы распределения зёрен по размеру а) закалённого сплава после и б) состаренного сплава после отжига при $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$; в) гистограммы распределения углов разориентировки границ закалённого и г) состаренного сплава после отжига при $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$

Гистограмма распределения зёрен по размерам не имеет ярко выраженных пиков. Размер зёрен для закалённого состояния не превышает 10 мкм, а для состаренного – 14 мкм. Гистограмма распределения углов разориентировки границ от доли границ, как для закалённого, так и для состаренного состояний, носит двухмодальный характер. Средний угол разориентировки для закалённого и состаренного состояний составил $27,6^\circ$ и $23,3^\circ$, соответственно. На гистограмме имеется 2 пика, в области 2° и 60° , как для закалённого, так и для состаренного состояния. В области малоугловых границ доля границ составила: для закалённого – 0,12, для состаренного – 0,14; в области большеугловых доля составила 0,37 и 0,35 для закалённого и состаренного состояний, соответственно.

3.4 Изменение физико–механических свойств низколегированной бронзы после отжига. Твёрдость и электропроводность сплава

На рисунке 2.3. представлены значения твёрдости низколегированной бронзы Cu – Cr – Zr – Yb в зависимости от температуры отжига.

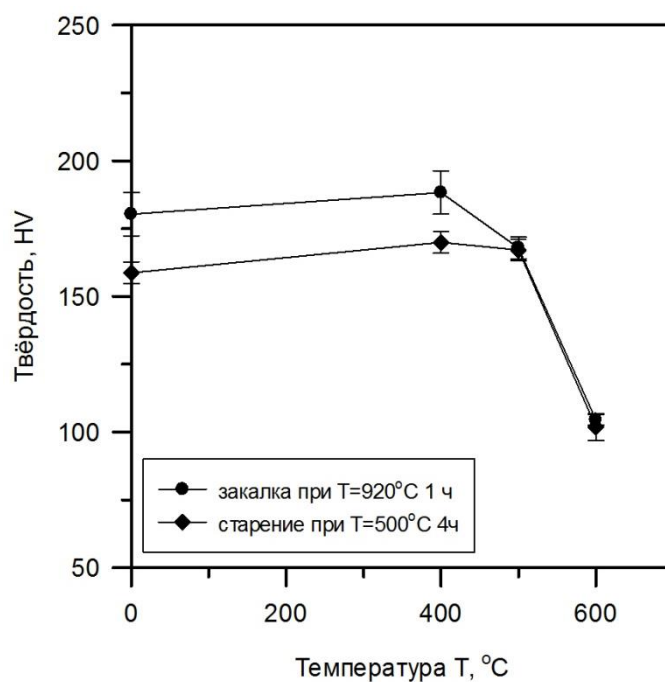


Рис.2.3. Влияние отжига на твёрдость деформированной бронзы

Значения твёрдости после отжига при температуре 400 °C значительно отличаются и составляют 188 ± 2 HV и 170 ± 3 HV для закалённого и состаренного состояния, соответственно. После отжига при температурах 500 и 600 °C значения твердости закалённых и состаренных образцов схожи и составляют 167 ± 1 HV и 103 ± 1 HV, соответственно.

На рисунке 2.4. представлены показатели электропроводности низколегированной бронзы Cu – Cr – Zr – Y в зависимости от температуры отжига.

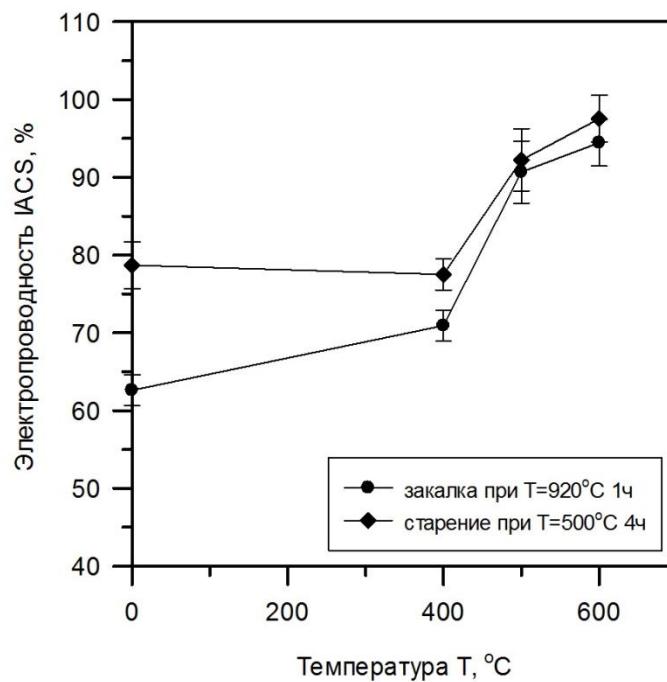


Рис.2.4. Влияние отжига на электропроводность деформированной бронзы

Характер изменения электропроводности для состаренного и закалённого состояний не отличается: происходит рост электропроводности в закалённом и в состаренном состояниях с увеличением температуры отжига. При 400 °C в состаренном состоянии электропроводность на 6 % IACS выше, чем в закалённом, и составляет 78 % IACS, что соответствует наибольшей разнице в показаниях. После отжига при 500 °C показатели электропроводности близки, и составляют 91 % IACS для закалённого, и 92% IACS для состаренного сплава. После отжига при температуре 600 °C электропроводность достигает максимальных значений и составляет 94% IACS для закалённого и 97 % IACS для состаренного состояния.

3.5 Выбор оптимального режима обработки

РКУ деформация формирует субмикроструктурную структуру, что приводит к увеличению прочностных характеристик: предел текучести

для закалённого состояния равен $\sigma_{0,2} = 405$ МПа, для состаренного $\sigma_{0,2} = 400$ МПа, предел прочности – $\sigma_B = 440$ МПа (в закалённом состоянии) и 415 МПа (в состаренном). При этом пластичность составила 24 % и 21% для закалённого и состаренного состояний, соответственно. Электропроводность – 62 % IACS для закалённого состояния и 78 % IACS для состаренного. Исходя из данных характеристик, мы можем считать, что ИПД по методу равноканального углового прессования при температуре 400 °С по маршруту В и углом пересечения каналов 90° после 8 проходов, обеспечивает наилучшее сочетание физико – механических свойств.

Вне зависимости от предварительной обработки, микроструктура деформированной низколегированной бронзы остаётся устойчива к нагревам в интервале температур 300 – 500 °С в течении часа. Отжиг при температуре 500 °С в течение 1 ч обеспечивает увеличение электропроводности до 91 % IACS для закалённого и 92 % IACS для состаренного, сохраняя при этом твердость на уровне 168 HV для закалённого и 167 HV для состаренного.

Оптимальной обработкой, обеспечивающей высокие прочностные характеристики сплава системы Cu – Cr – Zr – Y, и высокие значения электропроводности следует считать закалку при температуре 920°С 1 ч, старение при температуре 500 °С 4 ч, равноканальное угловое прессования при температуре 400 °С по маршруту В_c с углом пересечения каналов 90° до 8 проходов и старение при температуре 500 °С в течение 1 часа.

Глава 4 Экономическое обоснование внедрения разработки

Результаты ВКР могут быть использованы для организации производства электроконтактных проводов с повышенными характеристиками прочности и электропроводности. В таблице 4.1 представлено техническое обоснование необходимости проведённых работ.

Таблица 4.1

Обоснование сроков, объёмов и продолжительности выполнения работ

№ п/п	Наименование работ	Трудоёмкость, чел. – мес.	Сроки выполнения работ, мес.
1	Обзор литературных источников	2	1
2	Изготовление образцов	2	0,2
3	Измерение твёрдости низколегированной бронзы системы Cu – Cr – Zr – Y после РКУП после 1, 4 и 8 проходов	2	0,2
4	Исследование электропроводности низколегированной бронзы системы Cu – Cr – Zr – Y после РКУП после 1, 4 и 8 проходов	1	0,2
5	Проведение механических испытаний на растяжение после деформационной обработки	2	1
6	Исследование микроструктуры низколегированной бронзы системы Cu – Cr – Zr – Y после РКУП после 1, 4 и 8 проходов	2	4

7	Отжиг медного сплава системы Cu – Cr – Zr – Y при T = 400 - 600 °C в течение 1 часа	1	0,2
8	Исследование микроструктуры низколегированной бронзы, сформированной после отжига	2	2
9	Исследование электропроводности низколегированной бронзы системы Cu – Cr – Zr – Y после отжига	1	0,5
10	Измерение твёрдости низколегированной бронзы системы Cu – Cr – Zr – Y после отжига	2	0,2
11	Сбор результатов и формулирование выводов по работе	3	0,5

Оценка стоимости работ приведена в таблице 4.2.

Таблица 4.2

Стоимость проведённых работ

№ п/п	Наименование затрат	Стоимость (руб.)
1	Материалы и комплектующие	222 160
2	Расходы на проведение исследования	326 100
ИТОГО:		548 260

Стоимость материалов и реагентов, использованных в работе приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3

Стоимость материалов, реагентов и комплектующих

№ п/п	Наименование	Ед. изм.	Кол- во	Цена ед.	Сумма	Обоснование цены
1	Медный сплав системы Cu – Cr – Zr – Y	кг	50	4000	200 000	Прайс-лист поставщика
2	Азотная кислота	кг	1	170	170	Прайс-лист поставщика
3	Спирт	кг	1	30	30	Прайс-лист поставщика
4	Абразивная бумага	шт	200	109,1	21 820	Прайс-лист поставщика
5	Салфетки бумажные	пачка	2	50	100	Прайс-лист поставщика
6	Синтетическое моющее средство	пачка	1	40	40	Прайс-лист поставщика
ИТОГО:					222 160	

По результатам оценки стоимости работ, включающих затраты на проведение работ и затраты на материалы и комплектующие, за исключением затрат на страхование и потраченной электроэнергии, была получена общая сумма затрат на проведение исследования, которая составила 548 260 рублей.

Выводы

При выполнении работы было установлено влияние равноканального углового прессования и отжига на структуру и физико-механические свойства низколегированного медного сплава системы Cu – Cr – Zr – Y. В результате проведенного исследования было установлено:

1. Пластическая деформация методом РКУП приводит к формированию субмикроструктурной структуры в низколегированной бронзе системы Cu – Cr – Zr – Y. После 8 проходов равноканального углового прессования средний размер зерен бронзы составляет $D_{\text{ср}} = 0,69$ мкм и 1,01 мкм для закалённого и состаренного состояний, соответственно.

2. Формирование субмикроструктурной структуры приводит к увеличению прочностных характеристик: после 8 проходов РКУП предел текучести для закалённого состояния равен $\sigma_{0,2} = 405$ МПа, для состаренного $\sigma_{0,2} = 400$ МПа, предел прочности – $\sigma_B = 440$ МПа (в закалённом состоянии) и 415 МПа (в состаренном). При этом пластичность составила 24 % и 21% для закалённого и состаренного состояний, соответственно. Электропроводность – 62 % IACS для закалённого состояния и 78 % IACS для состаренного.

3. Микроструктура деформированной бронзы устойчива к часовым нагревам в интервале температур 300 – 500 °С вне зависимости от предварительной обработки. Отжиг при температуре 500 °С в течение 1 ч обеспечивает увеличение электрической проводимости до 91 % IACS для закалённого и 92 % IACS для состаренного, при сохранении твердости на уровне 168 HV для закалённого и 167 HV для состаренного.

4. Оптимальной обработкой, обеспечивающей высокие прочностные характеристики сплава системы Cu – Cr – Zr – Y, и высокие значения электропроводности следует считать закалку при температуре 920 °С 1 ч, старение при температуре 500 °С 4 ч, равноканальное угловое прессование при температуре 400 °С по маршруту В_c с углом пересечения

каналов 90° до 8 проходов и старение при температуре 500°C в течение 1 часа.

Список использованной литературы

1. Valiev, R. Z. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. / R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov // Prog. Mater. Sci. – 2000. –V. 45. – P. 103 – 189.
2. ГОСТ 2999-75. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу.
3. Valiev, R. Z. Principles of equal– channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. / R. Z. Valiev, T. G. Langdon. // Prog. Mater. Sci. – 2006. – V.51. – P. 881– 981.
4. ГОСТ 2789-73 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики
5. Juan-hua Su, Qi-ming Dong, Ping Liu, He-jun Li, Bu-xi Kang. Research on aging precipitation in a Cu–Cr–Zr–Mg alloy. Materials Science, vol. 392, no. 1, pp. 422-426, 2005.
6. Thermodynamic Properties of Inorganic Materials compiled by SGTE, Authors: Scientific Group Thermodata Europe (SGTE), 2015.
7. Batra, I.S.; Dey, G.K.; Kulkarni, U.D.; Banerjee, S. Microstructure and properties of a Cu-Cr-Zr alloy. Materials science (S36), v. 299(2); Nov 2001; p. 91-100.
8. Колачев Б.А., Елагин В.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов// учебник для вузов. — 3-е изд., перераб. и доп. — М.: МИСИС, 1999. — 416 с.
9. Rudnyi E.V. Thermodynamic assessment of the Cu-Y system / Zh. Fiz. Khim. 1996, v. 70, N 6, p. 1007-1011.
10. MetalProgress, 1966, №4, с.70-72.
11. Валиев, Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства / Р. З. Валиев, И. В. Александров. // М.: ИКЦ «Академкнига». – 2007. – 398 с.

12. Zhilyaev, A. P. Using high– pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. / A. P. Zhilyaev, T. G. Langdon. // *Prog. Mater. Sci.* – 2008. – V.53. – P. 893 – 979.
13. Кузнецов, Р.И. Пластическая деформация твердых тел под давлением. I. Оборудование и методика / Кузнецов Р.И., Быков В.И., Чернышев В.П. Пилюгин В.П., Ефремов Н.А., Пашеев А.В. // Свердловск: УНЦ АН СССР. Препринт. – 1985. – 32 с.
14. Смирнова, Н. А. Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пластических деформациях / Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.И., Кузнецов Р.И., Давыдова Л.С., Сазонова В.А. // *Физика металлов и металловедение.* – 1986. – Т. 61. – №6. – С. 1170 – 1177.
15. Degtyarev, M. V. Influence of the relaxation processes on the structure formation in pure metals and alloys under high– pressure torsion / M. V. Degtyarev, T. I. Chashchukhina, L. M. Voronova, A. M. Patselov, V. P. Pilyugin // *Acta Mater.* – 2007. – V. 55. – P. 6039–6050.
16. Bachmaier, A. Limitations in the refinement by severe plastic deformation: the effect of processing / A. Bachmaier, M. Hafok, R. Schuster, R. Pippan // *Rev. Adv. Mater. Sci.* – 2010. – V. 25. – P. 16 – 22.
17. Segal, V.M. Plastic treatment of metals by simple shear. / V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevski, V. I. Kopylov // *Russian Metallurgy.* – 1981. – V. I. – № 1. – P. 99–105.
18. Сегал, В.М. Процессы пластического структурообразования металлов / В. М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов // Минск: Наука и техника. – 1994. – 232 с.
19. Valiev, R.Z. Structure and properties of ultrafine– grained materials produced by severe plastic deformation / R. Z. Valiev, A. V. Korznikov, R. R. Mulyukov // *Mat. Sci. Eng. A.* – 1993. – V. 168. – P. 141– 148.
20. Dalla Torre, F. Microstructures and properties of copper processed by equal channel extrusion for 1– 16 passes / F. Dalla Torre, R. Lapovok, J.

- Sandlin, P. F. Thomson, C. H. J. Davies, E. V. Pereloma // *Acta Mater.* – 2004. – V. 52. – P. 4819–4832.
21. Рааб, Г.И. Равноканальное угловое пресование по схеме «Конформ» длинномерных наноструктурных полуфабрикатов из титана // Г.И. Рааб, Р.З. Валиев. – Кузнечно-штамповочное производство. Обработка металлов давлением. – 2008. – № 1. – С. 21–27.
22. Raab, G. I. Long – Length Ultrafine – Grained Titanium Rods Produced by ECAP– Conform / G. I. Raab, R. Z. Valiev, D.V. Gunderov, T. C. Lowe, A. Misra, Y. T. Zhu // *Materials Science Forum.* – 2008. – V. 584–586. – P. 80–85.
23. Xu. C.Z. Microstructure and properties of ultra – fine grain Cu – Cr alloy prepared by equal – channel pressing / C.Z. Xu, Q.J. Wang, M.S. Zheng, J.W. Zhu, J.D. Li, M.Q. Huang, Q.M. Jia, Z.Z. Du // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2007. – v. A459. – pp. 303 – 308.
24. ГОСТ 12. 1. 007 – 76 Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
25. В. А. Батаев, Процессы и технологии получения наноразмерных порошков и наноструктурных материалов : учебное пособие / В.А. Батаев, В. Г. Буров, И. А. Батаев, Е. А. Батаев, Е.А. Дробяз, С.В. Веселав. – Новосибирск : Из-во НГТУ, 2017. – 283 с.
26. Мартыненко Н. С. Высокопрочные коррозионностойкие ультрамелкозернистые магниевые сплавы для медицинского применения: дис. ... канд. тех. наук. Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, 2019.
27. Watanabe, C. Mechanical properties of Cu – Cr system alloys with and without Zr and Ag / C. Watanabe, R. Monzen, K. Tazaki // *J. Mat. Sci.* – 2008. – V.43. – P. 813–819.

28. Zherebtsov S, Murzinova M, Salishchev G, Semiatin SL. Spheroidization of the lamellar microstructure in Ti–6Al–4V alloy during warm deformation and annealing. *Acta Mater* 2011; 59 : 4138 – 50.
29. Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин, Д.В. Орлов, С.Г. Сынков. Винтовая экструзия – процесс накопления деформации. – Донецк: Фирма ТЕАН, 2003.– 87 с.
30. Belyakov A, Tsuzaki K, Miura H, Sakai T. Effect of initial microstructures on grain refinement in a stainless steel by large strain deformation. *Acta Mater* 2003; 51: 847 – 61.
31. Ågren. J. The materials genom and CALPHAD / Calcagnotto Metal // *Mater. Sci. Eng.* – 2010. – V. 59. – P. 1635 – 1640.
32. Смирягин А. П., Смирягина Н. А., Белова А. В. Промышленные цветные металлы и сплавы. М.: Металлургия, 1980. 447 с.
33. Осинцев О. Е., Федоров В. Н., Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки: Справочник. М.: Машиностроение, 2004. 336 с., ил.