На правах рукописи

Жемчужникова Дарья Александровна

# ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА Al-Mg-Sc-Zr СПЛАВА

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

БЕЛГОРОД – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»).

#### Научный руководитель:

Кайбышев Рустам Оскарович, доктор физико-математических наук, руководитель лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ».

#### Официальные оппоненты:

Захаров Валерий Владимирович, доктор технических наук, главный научный сотрудник ОАО «Всероссийский институт легких сплавов», г. Москва;

Страумал Борис Борисович, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва.

Ведущая организация: ГНЦ ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей».

Защита состоится 17 марта 2016 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Ленинский проспект, д. 6,стр. 2 ауд. А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» и на сайте www.misis.ru.

Автореферат разослан «\_\_\_\_» \_\_\_\_2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета Д 212.132.08, профессор, доктор физико-математических наук,

С. , С.И. Мухин

#### ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Способность Al-Mg сплавов сохранять высокие значения как прочности, так и пластичности при низких температурах послужила основой их широкого использования при изготовлении криогенных конструкций. Одновременное повышение прочности и пластичности этих сплавов с понижением температуры обусловлено тремя ключевыми факторами. Во-первых, в области низких температур подавляется динамическое деформационное старение, которое выражается в появлении осцилляций нагрузки на кривых растяжения. Это явление, известное как эффект Портевена-Ле Шателье (ПЛШ), наблюдаемое в Al-Mg сплавах с содержанием Mg более 2%, соответствует переходу к нестабильному пластическому течению и локализации пластической деформации, что приводит к преждевременному разрушению материала. отрицательных температурах затрудняются Во-вторых, при процессы возврата. происходящие в сплавах с высоким значением энергии дефекта упаковки и способствующие уменьшению деформационного упрочнения. В результате, при низких температурах коэффициент деформационного упрочнения увеличивается, что повышает стабильность пластического течения и, соответственно, пластичность Al-Mg сплавов. Втретьих, вплоть до температуры -270°С в Al-Mg сплавах при статическом нагружении сохраняется вязкий межзеренный механизм разрушения, требующий большей пластической деформации для формирования поверхности излома.

Существенным недостатком, ограничивающим применение указанных сплавов, являются относительно невысокие прочностные характеристики в отожженном состоянии, например, значение предела текучести этих материалов при комнатной температуре не превышает 160 МПа. Решение этой проблемы позволило бы повысить комплекс эксплуатационных свойств изготавливаемых конструкций, а также снизить их вес. Возможными способами повышения прочности Al-Mg сплавов являются дополнительное легирование и термомеханическая обработка. Так, каждое повышение содержания Мд на 1 вес.% обеспечивает увеличение предела текучести на 20 МПа, при этом в сплаве с концентрацией Mg до 5 вес.% пластичность не изменяется. Дополнительное легирование такими элементами как Sc и Zr, образующими когерентные Al<sub>3</sub>(Sc,Zr) частицы размером до 10 нм, повышает величину передела текучести почти на 100 МПа. Кроме этого, измельчение размера зерен до 1 мкм, например, методом равноканального углового прессования (РКУП), может обеспечить прирост предела текучести по закону Холла-Петча. Еще одним эффективным способом повышения прочностных свойств Al-Mg сплавов при сохранении удовлетворительных характеристик пластичности и стойкости к коррозии является нагартовка с суммарной степенью деформации 50% и последующим стабилизационным отжигом. Однако такая обработка применяется только для листов толщиной менее 10 мм. В листах большей толщины аналогичная структура может быть получена горячей прокаткой.

Сочетание всех этих подходов к увеличению прочностных свойств Al-Mg сплавов может дать синергетический эффект. Однако до настоящего времени комплексные работы, в которых было бы рассмотрено влияние нескольких упрочняющих факторов на низкотемпературные свойства материала, не проводились. Отсутствие подобных исследований затрудняет разработку новых способов обработки для повышения комплекса эксплуатационных свойств используемых сплавов, а также ограничивает представления о взаимосвязи между условиями обработки, развитием микроструктуры и механическими свойствами материала.

Не менее важным аспектом получения высокопрочных криогенных конструкций является и процесс их соединения. Одним из самых перспективных методов создания неразъемных соединений листов из термически неупрочняемых алюминиевых сплавов является сварка трением с перемешиванием. Данный вид сварки позволяет получать сварные соединения, прочность которых не уступает прочности основного материала. Однако в абсолютном большинстве исследований свойств соединений, полученных данным методом, выполнено либо при комнатной, либо при повышенных температурах. В этой связи систематические экспериментальные исследования поведения сварного соединения в целом и его отдельных зон в условиях криогенной деформации, а также установление связи между их структурой и механическими свойствами является важной научной и практической задачей.

На основании вышеописанного были сформулированы цели и задачи исследования.

**Цель работы** – установить влияние термомеханической обработки, в том числе методами интенсивной пластической деформации, на структуру и механические свойства Al-Mg-Sc-Zr сплава при комнатной и криогенных температурах.

Для достижения поставленной цели решались следующие частные задачи:

1 Установить влияние пластической деформации методами горячей и холодных прокаток, а также РКУП на микроструктуру Al-Mg-Sc-Zr сплава.

2 Определить влияние термомеханической обработки Al-Mg-Sc-Zr сплава на статические механические свойства и ударную вязкость в интервале температур деформации -196...20°C, а также усталостные свойства при комнатной температуре.

3 Установить влияние температуры и деформированной структуры на механизмы разрушения при статическом и динамическом нагружении Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях.

4 Получить сварные соединения листов Al-Mg-Sc-Zr сплава методом сварки трением с перемешиванием. Изучить микроструктуру различных зон соединений, а также же определить механические свойства и особенности разрушения полученных соединений сплава в интервале температур -196...20°C.

#### Научная новизна:

1 Установлено, что одновременное увеличение прочности и пластичности во всех деформированных состояниях Al-Mg-Sc-Zr сплава при понижение температуры от 20°C к -196°C связано с подавлением динамического деформационного старения и увеличением

коэффициента деформационного упрочнения, что повышает устойчивость пластического течения, а также сохранением вязкого внутризеренного разрушения в качестве основного механизма. В литом Al-Mg-Sc-Zr сплаве уменьшение пластичности с понижением температуры связано со сменой механизма разрушения на хрупкий межзеренный.

2 Показано, что литой Al-Mg-Sc-Zr сплав с понижением температуры демонстрирует резкое падение ударной вязкости, связанное с переходом от вязкого внутризеренного разрушения при комнатной к хрупкому межзеренному разрушению при температуре -196°C. Ударная вязкость горячекатаного состояния Al-Mg-Sc-Zr сплава слабо зависит от температуры, поскольку разрушению происходит, в основном, по вязкому внутризеренному механизму. Понижение ударной вязкости Al-Mg-Sc-Zr сплава с мелкозернистой структурой при криогенных температурах связано с облегчением зарождения трещин на границах зерен, что инициирует появление стадии нестабильного распространения трещины.

3 Показано, что сварка трением с перемешиванием позволяет получать сварные соединения горячекатаных листов Al-Mg-Sc-Zr сплава, коэффициент прочности которых при статических испытаниях составляет 90-100% во всем исследуемом интервале температур, что связано с формированием мелкозернистой структуры в зоне перемешивания и небольшой протяженностью зоны термомеханического влияния. Близкие значения пределов многоцикловой усталости сварных соединений и соответствующих основных материалов также связаны с образованием мелкозернистой структуры центральной части шва, препятствующей зарождению усталостных трещин.

4 Установлено, что при комнатной температуре на кривых растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава проявляется эффект ПЛШ. Повышение скорости деформации приводит к переходу от типа С осцилляций напряжения к типу A+B и затем к типу A, при этом устойчивое распространение деформационных полос сохраняется даже при низких скоростях нагружения.

5 Структура и механическое поведение мелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава, полученного интенсивной пластической деформацией методом РКУП, и зоны перемешивания сварных соединений, полученных сваркой трением с перемешиванием, близки.

#### Практическая значимость:

Показано, что горячекатаные листы и массивные заготовки с ультрамелкозернистой структурой, полученной равноканальным угловым прессованием, из Al-Mg-Sc-Zr сплава могут применяться для криогенных конструкций без ограничений, поскольку упрочнение за счет термомеханической обработки, в том числе с использованием интенсивной пластической деформации, не приводит охрупчиванию материала даже при -196°C. Установлено, что измельчение зерен в материале до субмикрокристаллического уровня более чем в два раза повышает ударную вязкость при комнатной температуре.

Продемонстрирована возможность использования сварки трением с перемешиванием для получения сварных соединений горячекатаных листов Al-Mg-Sc-Zr

сплава с коэффициентом прочности 90-100%. По результатам работы подана заявка на патент для получения сварных конструкций сплава с высокой вязкостью разрушения.

#### Положения, выносимые на защиту:

1 Влияние температуры в интервале -196°С...20°С на механические свойства литого, горячекатаного и мелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава.

2 Закономерности и механизмы разрушения литого, горячекатаного и мелкозернистого состояний, а также сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава при комнатной и криогенных температурах.

3 Оценка влияния мелкозернистой структуры, полученной методом сварки трением с перемешиванием, на усталостную прочность Al-Mg-Sc-Zr сплава.

Результаты диссертационной работы были получены в рамках выполнения государственного контракта № 16.740.11.0395 «Разработка высокопрочного сплава системы Al-Mg-Sc для работы при температуре сжиженного природного газа», реализуемого в рамках Федеральной целевой программы «Научные и научнопедагогические кадры инновационной России на 2009-2013», а также при выполнении государственного задания № 11.1533.2014/К по теме «Разработка научных основ получения высокопрочных сварных конструкций из листов алюминиевых сплавов методом сварки трением с перемешиванием», выполняемого в 2014-2016 годах, при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации.

Вклад автора. Соискатель лично выполнял весь комплекс экспериментальных исследований, состоящий из подготовки образцов, проведения механических испытаний во всем исследуемом диапазоне температур деформации и структурных исследований объектов испытаний, обработки экспериментальных данных, а также принимал непосредственное участие в разработках режимов обработок и параметров проведения экспериментов, обсуждении результатов исследований, подготовке научных публикаций и представлении результатов работы на конференциях

Апробация работы. Материалы работы докладывались и обсуждались на И международных следующих российских научно-технических конференциях: Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении (г. Белгород, 2011 г.); Фазовые превращения и прочность кристаллов (г. Черноголовка, 2012 г.); Современные проблемы металловедения (г. Пицунда, Р. Абхазия, 2013 г.); Актуальные проблемы прочности (г. Екатеринбург, 2013 г.); 11th International Conference on Superplasticity In Advanced Materials (Франция, 2012 г.); 13th International Conference on Aluminum Alloys (CIIIA, 2012 г.); 8th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (CIIIA, 2013 г.); 14th International Conference on Aluminum Alloys (Норвегия, 2014 г); 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Франция, 2014), Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых (г. Екатеринбург, 2015).

**Публикации.** По материалам диссертации опубликовано 7 публикаций в изданиях, в перечень ВАК, подана одна заявка на патент РФ (№2015139340 от

16.09.2015).

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 152 наименования, изложена на 128 страницах и содержит 61 рисунок и 19 таблиц.

#### ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**ВО ВВЕДЕНИИ** обоснована актуальность выбранной темы исследования, сформулированы цели и задачи, новизна и практическая ценность диссертационной работы, приведены основные положения, выносимые на защиту.

ПЕРВАЯ ГЛАВА содержит обзор литературных данных по микроструктуре и механическим свойствам Al-Mg сплавов, содержащих добавки Sc и Zr. Рассмотрены механические свойства алюминиевых сплавов, используемых В качестве конструкционных материалов для изготовления конструкций, эксплуатируемых при отрицательных температурах. Проанализированы возможные способы повышения свойств алюминиевых сплавов методами больших пластических деформаций, в частности прокаткой и РКУП. Приведен анализ влияния размера зерен на поведение и статические и динамические свойства сплавов при комнатной и отрицательных температурах, усталостное поведение и разрушение сплавов. Обобщены литературные данные по неустойчивому, скачкообразному деформированию Al-Mg сплавов – эффекту ПЛШ. Рассмотрены основные особенности и преимущества сварки трением с перемешиванием алюминиевых сплавов, представлен анализ механических свойств получаемых сварных соединений. Приведенный литературный анализ определил целесообразность диссертационного исследования, позволил сформулировать его цель и задачи.

**ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ** описаны материал и методики исследования, используемые в работе. В качестве материала исследования был выбран Al-Mg сплав, аналогичный сплавам 15XX серии (например, 01570, 1545), следующего химического состава (в вес.%): Al-6,01%Mg-0,35%Mn-0,2%Sc-0,08%Zr-0,05%Cr-0,04%Ti-0,01Fe-0,001%Si. Сплав был отлит в ОАО ВИЛС методом полунепрерывного литья с последующей гомогенизацией при температуре 360°C в течение 12 ч. Это состояние сплава в работе обозначено как исходное или литое.

Для исследования влияния горячей прокатки на структуру и свойства материала из исходного сплава были вырезаны заготовки размером 80×80×40 мм, которые затем прокатывались при 360°С до суммарной степени деформации 75% и конечной толщины 10 мм. Далее половина из полученных листовых заготовок подвергалась прокатке при комнатной температуре до суммарных степеней обжатия 88% и 95% и конечных толщин 5 мм и 2 мм, соответственно. Для получения объемных заготовок сплава с мелкозернистой структурой использовали метод РКУП при температуре 320°С до 12 проходов по маршруту Вс с дополнительным поворотом между проходами на 90° вокруг продольной оси. Прессование проводили в изотермическом штампе с L-образными каналами, угол пересечения которых равен 90°. Исходный размер заготовок для РКУП составлял

20×20×110 мм. Следует уточнить, что режимы методов пластической деформации сплава выбирались на основе литературных данных об особенностях обработки Al-Mg-Sc-Zr сплавов, а также с учетом используемого в промышленности сортамента полуфабрикатов.

Сварные соединения получали методом сварки трением с перемешиванием (СТП) на сварочном аппарате AccuStir1004FSW со скоростью движения и вращения сварочного инструмента 150 мм/мин и 500 об/мин, соответственно. Плиты для сварки размером 40×135×10 мм вырезались из сплава в исходном и горячекатаном состояниях. Диаметр заплечиков сварочного инструмента составлял 16 мм, длина пина – 6,5 мм. Заготовки проваривали с двух сторон, сварной шов располагался вдоль направления прокатки.

Статические испытания на растяжение проводили в соответствии с ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 11150-84 в интервале температур деформации -196...20°С с помощью испытательной машины Instron 5882, оснащенной камерой для испытаний при криогенных и повышенных температурах. Размеры рабочей части плоских образцов литого и горячекатаного, холоднокатаного до толщины 5 мм сплава, а также сплава после РКУП составляли  $3 \times 7 \times 25$  мм, размеры образцов холоднокатаного сплава, конечная толщина которого составляла 2 мм, были пересчитаны в соответствии с ГОСТ 11701-84 и составляли  $2 \times 10 \times 35$  мм. Скорость деформации при всех температурах была одинаковой и составляла ~  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup>, ось растяжения образцов совпадала с направлением последнего прохода прокатки или РКУП.

Ударную вязкость сплава в интервале температур -100..20°С определяли в соответствии с ГОСТ 9454-78 на образцах с концентратором вида U (тип образца I) на маятниковом копре Instron IMP460, оснащенного управляющей и регистрирующей программой Fracta. Определение значения ударной вязкости материала при температурах ниже -100°С осуществлялось в соответствии с ГОСТ 22848-77. Время выдержки образцов в охлаждающих жидкостях перед испытаниями составляло 15-20 мин.

Усталостные характеристики материала в исходном и деформированном состояниях исследовали на плоских образцах, размеры которых выбирали в зависимости от толщины заготовки в соответствии с требованиями стандарта ASTM E466-07. Испытания проводились при комнатной температуре с использованием серво-гидравлической испытательной машины Instron 8801 при синусоидальном цикле напряжений с частотой 25 Гц и коэффициентом асимметрии R=0,1. Предел выносливости материала оценивали по методике ГОСТ 25.502-79 на базе 10<sup>7</sup> циклов. Для определения пределов многоцикловой усталости сплава после сварки трением с перемешиванием образцы вырезались из центральной части заготовки в направлении, поперечном направлению движения сварочного инструмента. Для оценки усталостных свойств материала сварного шва образцы вырезались вдоль направления сварки.

Исследование эффекта Портевена-Ле Шателье проводилось методом бесконтактной цифровой оптической экстензометрии на плоских образцах с размерами рабочей части 3×7×35 мм. Растяжение образцов осуществляли при комнатной температуре на универсальной испытательной машине ZWICK 1476 в интервале скоростей деформации

 $3 \times 10^{-5} \dots 4,3 \times 10^{-2}$  с<sup>-1</sup>. Для исследования локализации деформации одновременно с записью диаграммы деформации «нагрузка-время» осуществляли съемку поверхности образца с помощью цифровой камеры с частотой записи  $10^3$  Гц и разрешением 1,3 микрон/пиксель. Для этого перед началом испытаний на одну поверхность полированного образца наносили маркеры в виде чередующихся параллельных черных и белых полос. Толщина каждого маркера составляла 1 мм, общее количество – 20, полосы располагались перпендикулярно оси деформации. Обработка экспериментальных данных и построение карт локализации деформации осуществлялись с помощью библиотеки программ, разработанных в MATLAB. Маркеры, вышедшие в ходе испытания из поля зрения камеры, при расчетах не учитывались.

Металлографический анализ образцов проводили с помощью оптического микроскопа Olympus GX-70. Структуру сплава выявляли после механической шлифовки, полировки и травления образцов раствором Келлера. Средние размеры зерен определяли методом случайных секущих по результатам не менее 300 измерений для каждого состояния сплава. Тонкую структуру сплава исследовали с помощью просвечивающих микроскопов JEM-2100 и FEI Tecnai G2 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Исследование изломов образцов после различных видов испытаний проводили на растровом электронном микроскопе Quanta-200.

Разориентировки границ зерен определялись с использованием электронного микроскопа Quanta-600 FEG и программы TSL OIM Analysis 5 методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD анализ), границы с углом разориентировки < 2° при этом не учитывались. Границы с разориентировкой 2...15° идентифицировались как малоугловые, а с разориентировкой ≥ 15° как большеугловые. Химический состав фаз определяли с помощью электронного микроскопа FEI Tecnai-G2, оснащенного системой автоматического энерго-дисперсионного химического анализа.

Все исследования проводились на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ».

**В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ** приведены результаты структурных исследований сплава в исходном состоянии, а также после деформации методами горячей и холодной прокаток и РКУП.

Установлено, что в исходном состоянии микроструктура сплава состояла из равноосных зерен со средним размером ~ 22 мкм (Рисунок 1а). По результатам EBSD анализа установлено, что примерно 87% границ зерен имеют большеугловую разориентировку ( $f_{\rm БУГ}$ ), средний угол ( $\theta$ ) которой равен ~ 38°. Анализ карт локального распределения элементов показал, что такие легирующие элементы сплава как Mg, Zr, Cr и Fe равномерно распределены в алюминиевой матрице и образуют твердый раствор, а Mn и Sc формируют две основные фазы, находящиеся в равновесии с матрицей - Al<sub>6</sub>Mn и Al<sub>3</sub>(Sc,Zr). Когерентные Al<sub>3</sub>(Sc,Zr) частицы равномерно распределены в теле зерен и имеют округлую форму со средним диаметром 7-10 нм. Преимущественно по границам

зерен было найдено незначительное количество некорентных  $Al_3Sc$  частиц, средний размер которых составил 30-40 нм. Некогерентные частицы округлой или вытянутой формы, выделяющиеся в основном в теле зерен и имеющие средний размер ~ 25 нм, идентифицированы как  $Al_6Mn$ . Плотность дислокаций исходного сплава относительно низкая и составила ~  $3 \times 10^{12}$  м<sup>-2</sup>.



Рисунок 1 – Влияние деформации на микроструктуру Al-Mg-Sc-Zr сплава: (а) сплав в исходном состоянии; (б) после горячей прокатки; (в) после холодной прокатки с суммарной степенью деформации 88%; (г) после холодной прокатки с суммарной степенью деформации 95%. НП – направление прокатки. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно

Горячая прокатка (ГП) при 360°С с суммарной степенью деформации 75% привела к вытягиванию исходных зерен вдоль направления деформации. По результатам оптической микроскопии средний размер зерен в продольном и поперечном направлениях составил 52 мкм и 6 мкм, соответственно. Внутри этих вытянутых зерен присутствуют деформационные полосы, разделенные малоугловыми границами. Они расположены под углом 40° или вдоль направления прокатки (Рисунок 1б). Плотность дислокаций после прокатки увеличилась в 11 раз по сравнению с исходным состоянием и составила  $4 \times 10^{13}$  м<sup>-2</sup>,  $f_{\rm БУГ}$  и  $\theta$  уменьшились до 17% и 10°, соответственно.

В результате прокатки при комнатной температуре с суммарной степенью деформации 88% (ХП88) формируются сильно вытянутые зерна со средней толщиной 1,2 мкм, содержащие большое количество малоугловых границ и хорошо различимые полосы сдвига (Рисунок 1в). При этом плотность дислокаций повысилась в 10 раз, f<sub>БУГ</sub> составила

35%, θ ~ 20°. Увеличение суммарной степени холодной деформации до 95% (ХП95) привело к существенному увеличению количества полос сдвига в структуре сплава, их угол наклона к направлению прокатки составил 30-40° (Рисунок 1г). Плотность дислокаций в этом состоянии сплава максимальна и равна 6,4×10<sup>14</sup> м<sup>-2</sup>.

Средний размер полученных в результате РКУП зерен сплава, имеющих слегка вытянутую вдоль направления прессования форму, составляет ~ 0,7 мкм, их объемная доля равна ~ 0,92 (Рисунок 2а). Доля большеугловых границ в структуре материала после РКУП равна 84%, средний угол разориентировки 35°. Анализ тонкой структуры сплава показал, что внутри кристаллитов присутствуют когерентные  $Al_3(Sc,Zr)$  частицы, средний размер которых 7-10 нм, и некогерентные частицы  $Al_6$ Mn со средним размером около 35 нм (Рисунок 2б). Обе фазы имеют округлую форму. Плотность решеточных дислокаций достаточно высока и равна ~  $4 \times 10^{13}$  м<sup>-2</sup>.



Рисунок 2 – Типичная микроструктура Al-Mg-Sc-Zr сплава после РКУП. Белыми и черными линиями на EBSD карте (а) обозначены малоугловые и высокоугловые границы соответственно

**В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ** приведены результаты статических и динамических испытаний различных состояний сплава и интервале температур -196...20°С, данные испытаний на многоцикловую усталость при комнатной температуре, обсуждается влияние температуры на механизмы разрушения материала в исходном состоянии и после деформации при статическом и динамическом нагружении.

При комнатной температуре самым низким пределом прочности ( $\sigma_B$ ), равным 360 МПа, обладает сплав в исходном литом состоянии (Таблица 1). Горячая прокатка увеличивает предел прочности материала на ~ 25% предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) на ~ 30%, и практически не влияет на удлинение до разрушения ( $\delta$ ) (Таблица 1). Формирование мелкозернистой структуры при РКУП способствует повышению предела текучести исходного материала до 365 МПа и слабому росту пластичности. В результате сочетания горячей и холодной прокаток наблюдался резкий рост прочностных характеристик: максимальное значение предела прочности сплава достигалось в состоянии ХП95 – 560 МПа, при этом удлинение составляло всего 8% (Таблица 1).

Понижение температуры испытаний до -196°С привело к росту прочности сплава во всех состояниях (Таблица 1). Однако применение сильно нагартованных полуфабрикатов для изготовления ответственных криогенных конструкций может быть затруднено вследствие низкого коэффициента прочности полученных из них сварных соединений. применение обработки, состоящей холодной Следовательно, ИЗ деформации, нежелательно для изготовления высоконадежных конструкций сплава, работающих в области низких температур. Близкие значения предела прочности при -196°C, равные  $\sim$ 550 - 555 МПа, обеспечивают ГП и РКУП, при этом рост этого показателя по сравнению с исходным состоянием составляет ~ 20% (Таблица 1). Кроме этого, проведение горячей деформации приводит к значительному увеличению пластичности при низкой температуре – удлинение до разрушения сплавов после РКУП и ГП в 2 раза выше исходного материала. Наибольшее увеличение предела текучести, ~ на 75%, при отрицательной температуре демонстрирует сплав после РКУП. Таким образом, значительно повысить служебные свойства исходного материала как при комнатной, так и при отрицательной температурах, позволяют горячая прокатка и РКУП.

Таблица 1 – Механические свойства Al-Mg-Sc-Zr сплава при комнатной и криогенной температурах

Состояние сплава	20°C			-196°C		
	σ <sub>0.2</sub> , МПа	$σ_B$ , ΜΠα	δ, %	σ <sub>0.2</sub> , МПа	$σ_{\rm B}$ , ΜΠα	δ, %
Исходное	225±10	360±15	18±3	260±8	470±10	16±5
ГП	295±9	450±10	20±5	335±10	555±10	34±6
РКУП	365±15	440±5	22±5	450±11	550±7	34±3
ХП88	495±10	545±12	9±3	480±5	625±15	15±2
ХП95	520±11	560±11	8±2	565±10	700±13	13±3

Подробные исследования влияния температуры деформации на свойства сплава показали, что в исходном состоянии напряжение течения материала увеличивается с понижением температуры, в то время как пластичность увеличивается до достижения максимума при -120°С, а затем уменьшается. В отличие от этого, удлинение до разрушения ГП и РКУП сплавов непрерывно увеличивается с понижением температуры (Рисунок 3). Интересно отметить, что на кривых растяжения мелкозернистого сплава во всем температурном интервале испытаний наблюдаются так называемые площадка и зуб текучести (Рисунок 3), наличие которых, по результатам оценки тонкой микроструктуры сплава, связано с низкой плотностью дислокаций в начале пластического течения. Другой особенностью механического поведения всех исследуемых состояний сплава является присутствие при 20°С и -50°С на деформационных кривых эффекта Портевена-Ле Шателье, который исчезает при понижении температуры.



Рисунок 3 – Влияние температуры на диаграммы растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях. Числами на графиках обозначены температуры испытаний (°C); в правом нижнем углу приведен размер зерен для каждого состояния. Для состояния ГП размеры даны в продольном и поперечном направлениях, соответственно

Для литого и горячедеформированных состояний сплава были рассчитаны скорость деформационного упрочнения и критерий Консидера, согласно которому образование пластической неустойчивости, или шейки, начинается, когда коэффициент деформационного упрочнения становится меньше напряжения течения (Рисунок 4).



Рисунок 4 – Зависимость деформационного упрочнения от истинной степени деформации для различных состояний Al-Mg-Sc-Zr в исследуемом интервале температур. Пунктирной линией на графиках обозначен критерий Консидера, числами обозначена температура в °C

Установлено, что снижение температуры способствует повышению скорости деформационного упрочнения, что приводит к отрицательной зависимости удлинения до разрушения от температуры, и увеличению напряжения начала шейкообразования. Высокие значения коэффициента упрочнения сплава при 20°С и -50°С связаны с эффектом ПЛШ. Следует отметить, что шейкообразование в случае литого сплава происходит выше пунктирной линии во всем интервале температур деформации (Рисунок 4). В то же время, при растяжении ГП и РКУП состояний сплава при температурах -120...-196°C резкое снижение деформационного упрочнения начинается после пересечения линии Консидера (Рисунок 4). Оценка микроструктуры рабочих областей образцов после растяжения при 20°С и -196°С на примере литого и горячекатаного сплава показала, что горячая деформация способствует образованию менее грубых по сравнению с исходным сплавом полос деформации в теле зерен и интенсивному накоплению решёточных дислокаций. В случае горячекатаного сплава при деформации в области низких температур упрочнение происходит быстрее и более однородно, чем в литом материале, благодаря чему пластичность сплава после ГП увеличивается с понижением температуры.

Исследование температурной зависимости ударной вязкости показало, что в интервале температур -120...-60°С для исходного и РКУП состояний сплава наблюдается резкое падение ударной вязкости (Рисунок 5). Однако, РКУП обеспечивает повышение ударной вязкости сплава при комнатной температуре до 87 Дж\см<sup>2</sup>, что в 2 раза выше чем у литого состояния. При -196°С вязкость разрушения мелкозернистого сплава в 4 раза выше, чем у крупнозернистого материала и составляет 24 Дж\см<sup>2</sup>. Проведение горячей прокатки способствует постепенному уменьшению значений КСU от 37 Дж\см<sup>2</sup> при 20°С до 30 Дж/см<sup>2</sup> при -196°С (Рисунок 5).



Рисунок 5 – Влияние температуры на значения ударной вязкости и зависимости нагрузка-перемещение Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях

Анализ кривых нагрузка-перемещение при испытаниях на ударную вязкость показал, что характер разрушения горячекатаного сплава практически не зависит от температуры (Рисунок 5). Понижение температуры лишь облегчает нестабильное распространение трещины, практически не влияя на стадии образования и стабильного

распространения, а также на торможение трещины перед разделением образцов. Очень высокая ударная вязкость материала, подвергнутого РКУП, при комнатной температуре обусловлена отсутствием стадии нестабильного распространения трещины, которая появляется при испытаниях при -196°C, чем и обусловлено резкое падение значений КСU в области низких температур (Рисунок 5).

В случае исходного литого сплава при комнатной температуре имеет место ярко выраженная стадия нестабильного распространения трещины, которая очень быстро сменяется стадией торможения. Доля нестабильного распространения трещины не превышает 30% от общей величины ее развития, а самой продолжительной является стадия стабильного распространения (Рисунок 5). Понижение температуры до -196°C приводит к тому, что стадия нестабильного роста начинается сразу после зарождения трещины, и ее распространение практически не тормозится вплоть до полного разделения образцов.



Рисунок 6 – Поверхности разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях после испытания на ударную вязкость при (а-в) 20°С; (г-е) -196°С

Полученные результаты хорошо согласуются с данными фрактографического анализа, согласно которому при комнатной температуре разрушение сплава во всех состояниях происходит по вязкому транскристаллитному механизму (Рисунок ба-в, где показаны изломы образцов сплава после испытаний на ударную вязкость, однако обсуждаемые ниже механизмы и особенности разрушения наблюдались и для образцов после испытаний на растяжение). Рельеф поверхности исходного сплава образован ямками отрыва, на дне которых находятся частицы вторых фаз (Рисунок ба). Размер структурных составляющих излома горячекатаного материала значительно меньше, однако вдоль границ зерен наблюдаются вытянутые микропоры, образованные слиянием нескольких соседних ямок (Рисунок 6б). Наличие крупных ямочек конической формы на изломе сплава после РКУП указывает на ограниченное количество центров зарождения микротрещин – при росте нагрузки рост микропор опережал их слияние (Рисунок 6в).

При -196°С разрушение исходного сплава происходит по хрупкому межзеренному механизму (Рисунок 6г), в то время в деформированных образцах наблюдается преимущественно вязкое разрушение (Рисунок 6д,е). Очевидно, что вышеуказанные снижение ударной вязкости крупнозернистого сплава при понижении температуры транскристаллитного связано переходом ОТ механизма разрушения к С межкристаллитному хрупкому. В случае ГП и РКУП сплавов, измельчение зеренной структуры приводят к уменьшению размера микропор, способных к росту, в результате чего формирование поверхности разрушения этих материалов даже при низкой температуре требует большей пластической деформации. При -196°С слияние микропор и образование трещин вдоль границ исходных зерен горячекатаного сплава облегчается, однако вклад этого механизма в общее разрушение незначителен (Рисунок 6д). В сплаве с мелкозернистой структурой разрушение в области низких температур происходит, главным образом, по вязкому внутризеренному механизму, хотя вдоль границ зерен наблюдаются области межкристаллитного разрушения (Рисунок 6е). Снижение вязкости мелкозернистого сплава объясняется разными механизмами образования микротрещин: при 20°С их формирование происходит путем слияния множества пор, образующихся в алюминиевой матрице (Рисунок 6в), а при -196°С – слияние пор, формирующихся по границам зерен (Рисунок 6е), инициирует распространение трещин вдоль границ. Т.е. механизм зарождения меняется с полностью транскристаллитного на частично межкристаллитный, соответственно. Однако дальнейшее распространение трещин в обоих случаях происходит по вязкому механизму, что и обеспечивает сохранение высоких значений КСИ во всем исследуемом интервале температур.

Таким образом, показано, что горячекатаное и мелкозернистое состояния сплава сохраняют достаточную для конструкционного материала ударную вязкость даже при температуре жидкого азота, а литой сплав охрупчивается и не может быть использован для конструкций, работающих при температурах ниже -80°С.

На рисунке 7 представлены результаты усталостных испытаний исследуемого сплава в исходном состоянии и после горячей деформации. Согласно литературным данным, характерной чертой большинства алюминиевых сплавов является отсутствие предела усталостной выносливости, т.е. происходит непрерывное снижение максимального напряжения с увеличением количества циклов испытаний, поэтому в данном исследовании за условное значение усталостной прочности при многоцикловой нагрузке принято напряжение при N=10<sup>7</sup> циклов. В общих чертах увеличение прочностных характеристик сплава приводит к повышению усталостной прочности (Рисунок 7), что хорошо согласуется с ранее опубликованными результатами. Максимальную усталостную прочность ~195 МПа сплав демонстрирует после РКУП, что связано с измельчением

зеренной структуры сплава, однако полученное значение превышает пределы усталостных выносливостей многих известных сплавов Al-Mg-Sc системы. Для исходного и горячекатаного сплавов значения пределов усталостной прочности составляют, соответственно, 155 МПа и 190 МПа (Рисунок 7). Таким образом, прирост предела усталостной прочности на базе 10<sup>7</sup> циклов до разрушения в деформированных состояниях сплава составил более 20%.



Рисунок 7 – Кривые усталости Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях. T=20°C. Стрелками обозначены образцы, не разрушившиеся после 10<sup>7</sup> циклов испытаний

В данной главе также рассмотрена неоднородность пластического течения (эффект ПЛШ) литого сплава при растяжении В интервале скоростей леформации от 3×10<sup>-5</sup> с<sup>-1</sup> до 4.3×10<sup>-2</sup> с<sup>-1</sup> при комнатной температуре (Рисунок 8). В классическом представлении при ПЛШ существует три основных типа скачков на деформационных кривых -A. В И С, последовательно ЭТО сменяющих друг друга при изменении скорости деформации от высокой к низкой, соответственно. Принято считать, что эти типы скачков связаны с переходом непрерывного от

полос

локализации

деформации (тип A) при высокой скорости нагружения к скачкообразному (тип B) при средних скоростях и, наконец, к возникновению статических групп полос (тип C) при самых низких скоростях деформации.

распространения



Рисунок 8 – Кривые растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии (а) и скорость движения деформационных полос (б) при различных скоростях деформации

В случае исследуемого сплава деформационные кривые по типу скачков делятся на A, A+B и C: при скорости деформации  $1,4\times10^{-2}$  c<sup>-1</sup> наблюдается тип A, при  $5\times10^{-2}$ - $10^{-3}$  c<sup>-1</sup> – тип A+B и при  $1,4\times10^{-4}$  c<sup>-1</sup> – тип C. При самой низкой скорости  $3\times10^{-5}$  c<sup>-1</sup> деформационная кривая сплава гладкая и эффект ПЛШ отсутствует (Рисунок 8). Одновременное появление на кривых растяжения двух типов осцилляций нагрузки, A+B, связано с сильным легированием сплава и содержанием большого количества частиц вторых фаз. Также из рисунка 8а видно, что критическая степень деформации, необходимая для появления эффекта ПЛШ снижается с увеличением скорости нагружения.

Обнаруженное устойчивое распространение полос локализации деформации BO всем интервале скоростей нагружения, включая низкую, где скачки деформации соответствуют типу С (Рисунки 8 и совершенно необычно 9) для Это твердых растворов Al-Mg. с явление связано наличием большого числа частиц вторых фаз, которые время деформации во препятствуют движению дислокаций. Последние, В свою образуют очередь скопления V препятствий, что локально увеличивает внутренние напряжения способствует И развитию пластического течения в соседних областях. Скорость движения деформационных полос линейно снижается с уменьшением скорости деформации, однако даже при  $1.4 \times 10^{-4} c^{-1}$  скорость распространения полос равна 0,2 мм/с (Рисунок 8б). Следует отметить, что подобное



Рисунок 9 – Карты скоростей деформации вдоль оси растяжения образцов Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии при скоростях нагружения: (a)  $1,4\times10^{-2}$  c<sup>-1</sup>; (б)  $5\times10^{-3}$  c<sup>-1</sup>; (в)  $10^{-3}$  c<sup>-1</sup>; (г)  $1,4\times10^{-4}$  c<sup>-1</sup>. T=20°C

поведение деформационных полос до настоящего времени не предсказывалось какимилибо моделями эффекта ПЛШ, следовательно, полученные результаты открывают новые перспективы в понимании физической природы возникновения пластической нестабильности в сложнолегированных сплавах.

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние сварки трением с перемешиванием на структурные изменения Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном и горячекатаном состояниях, как

наиболее близко приближенным к промышленным условиям получения и использования полуфабрикатов сплава. Оценены статические свойства при 20°C и -196°C, многоцикловая усталость полученных сварных соединений при комнатной температуре, изучены особенности разрушения различных зон соединения.

Показано, что в результате совместного влияния интенсивной пластической деформации и локального разогрева материала в процессе сварки, в зоне перемешивания сварного соединения формируется рекристаллизованная мелкозернистая структура (Рисунок 10). Кроме того, несмотря на разное исходное состояние свариваемых заготовок, микроструктура ядра шва как для сплава до обработки, так и для горячекатаного материала идентична.

Общий вид поперечного сечения полученных сварных соединений представлен на рисунке 10a. Основными зонами соединения, определяемыми оптической металлографией, являются зона основного материала, зона термомеханического воздействия и центральная часть (ядро) шва. Средний размер зерен в зоне перемешивания равен 1 мкм (Рисунок 10б), средний угол разориентировки 39°, доля большеугловых границ 95% (Рисунок 10в). Оценка параметров тонкой структуры показала, что плотность дислокаций относительно низкая и равна 2,5×10<sup>13</sup> м<sup>-2</sup> (Рисунок 10г), фазовый состав этой зоны соединения не отличается от состава исходного сплава.



Рисунок 10 – Общий вид поперечного сечения сварного соединения Al-Mg-Sc-Zr сплава (а) и микроструктура центральной части шва (б-г)

Примечательно, что структура центральной части сварных соединений и структура сплава, полученная методом РКУП, практически идентичны (Рисунки 10 и 2,

соответственно). Следовательно, сварку трением с перемешиванием можно рассматривать как метод измельчения зеренной структуры материала, а близкие значения параметров формируемых при РКУП и СТП структур предполагают их идентичное механическое поведение при деформации.

Для обоих состояний сплава распределение микротвердости в сварных зонах неоднородно: в области перекрытия верхнего и нижнего проходов сварки, а также вдоль границ «сторона набегания-основной материал» и у приповерхностных областях соединений наблюдается увеличение значения HV (Рисунок 11). Повышение микротвердости центральной части сварного шва литого сплава связано с измельчением структуры в зоне перемешивания (Рисунок 11а). В случае горячекатаного состояния сплава, формирование мелкозернистой структуры в ядре шва способствует локальному снижению прочности соединения, что, скорее всего, связано с процессами отжига и рекристаллизации, происходящими при сварке, и, как следствие, уменьшением вклада субструктурного упрочнения после ГП (Рисунок 11б).



Рисунок 11– Карты распределения микротвердости (HV) в сварных соединениях (а) исходного и (б) горячекатаного Al-Mg-Sc-Zr сплава. Пунктирными линиями обозначены очертания сварочного инструмента при верхнем и нижнем проходе сварки. СО – сторона отступания, СН – сторона набегания

По результатам оценки статических механических свойств (Рисунок 12а) установлено, что при комнатной температуре для исходного состояния коэффициент прочности сварного шва, определяемый как отношение предела прочности соединения к пределу прочности основного материла, равен 100%, а при -196°С его значение составляет 98%. Разрушение сварного соединения при этом происходило в зоне основного материала. Такое поведение исходного сплава связано с локальным упрочнением сварного соединения в зоне перемешивания, что согласуется с результатами оценки микротвердости (Рисунок 11а).

В случае горячекатаного состояния сплава, коэффициент прочности сварных соединений при комнатной температуре составил 90% (Рисунок 12б), разрушение образцов при этом происходило по ядру шва. При температуре испытаний ниже -125°C (Рисунок 12б), значение коэффициента прочности сварных соединений равно 96% и разрушение испытываемых образцов происходило в зоне основного материала.

На рисунке 12в,г представлены графики многоцикловой усталости образцов сварных соединений сплава и основного материала, а также образцов, вырезанных из зоны перемешивания вдоль направления сварки. Видно, что значения пределов усталости (определенные на базе 10<sup>7</sup> циклов испытаний) сварных швов и соответствующих основных материалов примерно равны, следовательно, коэффициент прочности соединения близок к 100%. Это подтверждает и тот факт, что разрушение образцов сварных швов обоих состояний сплава при испытаниях на усталость происходило в зоне основного материала. Самой высокой усталостной прочностью обладает материал центральной части шва, что обусловлено значительным измельчением структуры в процессе сварки и хорошо согласуется с известными литературными данными.



Рисунок 12 – Сравнение свойств сварных соединений и основного материала Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном литом и горячекатаном состояниях: (а, б) статические свойства; (в, г) усталостные свойства при 20°C. Стрелками обозначены образцы, не разрушившиеся после 10<sup>7</sup> циклов испытаний

Таким образом, показано, что сварка трением с перемешиванием позволяет получать сварные швы, прочность которых близка к прочности основного материала при комнатной и при криогенных температурах Al-Mg-Sc-Zr сплава как в исходном, так в частично нагартованном и стабилизированном состояниях (ГП). Соответственно, существует возможность повысить прочность конструкций, работающих в области низких температур, за счет сочетания термомеханической обработки и сварки трением с перемешиванием.

#### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ:

1 С понижением температуры испытаний при статическом нагружении механизм разрушения исходного сплава меняется от вязкого транскристаллитного к хрупкому межзеренному. Горячая деформация способствует сохранению вязкого механизма разрушения как основного во всем исследуемом интервале температур деформации, увеличению коэффициента деформационного упрочнения и повышению устойчивости пластического течения, благодаря чему удлинение до разрушения горячедеформированных состояний сплава увеличивается с понижением температуры и при -196°C в 2 раза превышает удлинение литого сплава.

2 В литом Al-Mg-Sc-Zr сплаве наблюдаемый провал в ударной вязкости с 40 Дж/см<sup>2</sup> до 6 Дж/см<sup>2</sup> с понижением температуры от 20°C до -196°C связан с сменой механизма разрушения от вязкого к хрупкому. В горячекатаном состоянии при аналогичном понижении температуры ударная вязкость незначительно уменьшается с 37 Дж/см<sup>2</sup> до 30 Дж/см<sup>2</sup>, что обусловлено некоторым увеличением доли межзеренного разрушения. Уменьшение ударной вязкости сплава с ультрамелкозернистой структурой, полученной методом РКУП, с 87 Дж/см<sup>2</sup> до 24 Дж/см<sup>2</sup> связано с появлением стадии нестабильного распространения трещины при -196°C.

3 Предел многоцикловой усталостной выносливости составляет 150 МПа для литого Al-Mg-Sc-Zr сплава, 190 МПа для горячекатаного, 195 МПа для материала после РКУП и 185 МПа для зоны перемешивания сварных соединений сплава, полученных сваркой трением с перемешиванием. Схожая мелкозернистая структура, полученная как прессованием, так и сваркой трением, демонстрирует одинаковое механическое поведение и обеспечивает высокое значение усталостной прочности за счет высокого сопротивления образованию трещин.

4 При комнатной температуре Al-Mg-Sc-Zr сплав во всех состояниях проявляет эффект Портевена-Ле Шателье. В отличие от типичных Al-Mg сплавов, в исследуемом материале устойчивое распространение полос локализации деформации наблюдается даже при низких скоростях нагружения. Такое необычное поведение сплава связано с наличием частиц вторых фаз, являющимися препятствиями для движущихся дислокаций.

5 Показано, что сварка трением с перемешиванием листов сплава, полученных горячей прокаткой, позволяет получать высокопрочные конструкции для криогенных

применений. Прочность сварного соединения в интервале температур -196...20°С составляет 100-90% прочности основного материала. Несмотря на частичное разупрочнение в центре шва, формирование мелкозернистой структуры с низкой дислокационной плотностью в зоне перемешивания обеспечило близкие значения пределов усталостной прочности горячекатаных листов и их сварных соединений.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ИЗЛОЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ, ОПУБЛИКОВАННЫХ В НАУЧНЫХ ЖУРНАЛАХ, ВХОДЯЩИХ В ПЕРЕЧЕНЬ ВАК:

1. **Zhemchuzhnikova, D**. A. Mechanical properties and fracture behavior of an Al-Mg-Sc-Zr alloy at ambient and subzero temperatures / D. Zhemchuzhnikova, A. Mogucheva, R. Kaibyshev // Materials Science & Engineering A – 2013. – Vol. 565, – P. 132–141.

 Zhemchuzhnikova, D. Effect of rolling on mechanical properties and fatigue behavior of an Al-Mg-Sc-Zr alloy / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum – 2014. – Vols. 794-796, – P. 331-336.

3. **Zhemchuzhnikova, D**. Effect of Grain Size on Cryogenic Mechanical Properties of an Al-Mg-Sc Alloy / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Advanced Materials Research –2014. – Vol. 922, – P. 862-867.

4. **Zhemchuzhnikova, D**. Effect of deformation structure on fatigue behavior of an Al-Mg-Sc alloy / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering A– 2014. – Vol .63 (1), – 012164.

5. **Zhemchuzhnikova, D**. Cryogenic properties of Al-Mg-Sc-Zr friction-stir welds / D. Zhemchuzhnikova, S. Malopheyev, S. Mironov, R. Kaibyshev // Materials Science & Engineering A – 2014. – Vol. 598C, – P. 387–395.

6. **Zhemchuzhnikova, D.** Mechanical Behavior of an Al-Mg-Sc-Zr Alloy with an Ultrafine Grain Structure at Cryogenic Temperatures / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Advanced Engineering Materials – 2015. – Vol. 639, № 12, – P. 1804–1811.

7. Zhemchuzhnikova, D. Unusual behavior of the Portevin-Le Chatelier effect in an AlMg alloy containing precipitates / D.A. Zhemchuzhnikova, M.A. Lebyodkin, T.A. Lebedkina, R.O.Kaibyshev // Materials Science & Engineering A – 2015. – Vol. 639, – P. 37–41.

### Патенты:

Заявка на патент № 2015139340 от 16.09.2015. Способ получения сварных конструкций алюминиевого сплава с высокой вязкостью разрушения / Кайбышев Р.О., Жемчужникова Д.А, Малофеев С.С.