

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
технологический университет «МИСИС»

На правах рукописи

Рогачев Станислав Олегович

СТРУКТУРНЫЕ ФАКТОРЫ И СПОСОБЫ УПРАВЛЕНИЯ
ПРОЧНОСТЬЮ И ПЛАСТИЧНОСТЬЮ СПЛАВОВ
В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ ТЕМПЕРАТУР

Специальность – 2.6.1

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация
на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант:
д.т.н., профессор С.А. Никулин

Москва - 2023

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
Глава 1. Механизмы аккомодации и способы достижения высокой прочности и пластичности в сплавах	13
1.1 Повышение прочности и потеря пластичности при холодной деформации	13
1.2 Механизмы структурной аккомодации сплавов и возможность одновременного повышения прочности при сохранении пластичности	18
1.3 Проблема термической устойчивости упрочненного состояния	26
1.4 Выводы к главе 1	30
Глава 2. Структурные факторы и способы достижения высокой прочности и пластичности при малых степенях пластической деформации	32
2.1 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности при знакопеременной деформации	32
2.2 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности при химико-термической обработке	42
2.3 Выводы к Главе 2	51
Глава 3. Структурные факторы и способы достижения высокой прочности и пластичности при больших степенях пластической деформации	52
3.1 Общие проблемы управления балансом прочности и пластичности при больших пластических деформациях	52
3.2 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности в алюминиевых сплавах	54
3.3 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности в циркониевых сплавах	79

3.4 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности в композиционных металлических материалах	92
3.5 Выводы к Главе 3	118
Глава 4. Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости упрочненного состояния	120
4.1 Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости ультрамелкозернистых алюминиевых сплавов	120
4.2 Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости ультрамелкозернистых сталей	133
4.3 Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости ультрамелкозернистых циркониевых сплавов	139
4.4 Повышение термической устойчивости упрочненного состояния путем создания многослойных структур	146
4.5 Выводы к главе 4	157
Глава 5. Структурные факторы и способы сохранения высокотемпературной прочности	159
5.1 Проблема сохранения высокотемпературной прочности в сталях и сплавах	159
5.2 Механическое поведение стали с РАПЭ при горячей деформации	162
5.3 Изменение структуры стали с РАПЭ при горячей деформации	172
5.4 Механизмы сохранения высокотемпературной прочности в стали с РАПЭ	179
5.5 Выводы к главе 5	191
Общие выводы	193
Список сокращений	198
Список использованной литературы	199
Приложение А	237
Приложение Б	238

Приложение В	239
Приложение Г	240

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность проблемы. Современное развитие науки и техники требует создания многофункциональных металлических материалов. Одним из основных требований к ним является высокая прочность и запас пластичности, которые должны сохраняться в широком диапазоне температур.

Основным способом достижения высокой прочности металлических материалов с различной структурой является холодная пластическая деформация, сопровождающаяся повышением сопротивления материала по мере увеличения степени деформации, т.е. деформационным упрочнением (явление деформационного наклепа), которое сохраняется и после деформации.

Практическая возможность деформационного упрочнения сталей и сплавов с использованием традиционных методов холодной деформационной обработки ограничена. Во-первых, степень деформации при холодной обработке давлением лимитирована возможным разрушением материала в процессе деформации, поэтому при наклепе происходит в основном повышение предела текучести, в то время как предел прочности часто повышается слабее или остается неизменным. Это ограничивает величину упрочнения и прочность. Во-вторых, наклеп приводит к резкому снижению пластичности. В-третьих, наклеп частично или полностью снимается при нагреве до определенных температур.

Проблема повышения прочности металлических материалов при сохранении пластичности до настоящего времени однозначно не решена. Поэтому определение механизмов и выявление структурных факторов, влияющих на прочность и пластичность, а также способов управления структурой, позволяющих обеспечить значительное упрочнение без потери пластичности, остается актуальной проблемой современного металловедения и технологии материалов. Сложность ее решения связана с многообразием

используемых конструкционных и инструментальных материалов, и отсутствием единых подходов к разработке способов упрочнения и управления пластичностью сплавов.

Актуальной является задача сохранения прочности и пластичности при нагреве сплавов. Это особенно важно для высокопрочных ультрамелкозернистых материалов, которые являются термически неустойчивыми. Несмотря на то, что известны некоторые способы сохранения прочности при нагреве упрочненных сплавов, изменение при этом пластичности мало изучено.

Не менее актуальной является задача повышения высокотемпературной прочности сплавов. Применяемые для этого способы в основном направлены не на повышение высокотемпературной прочности конкретного сплава, а на его замену сплавом с более тугоплавким металлом основы. В то же время проблема сохранения высокотемпературной прочности сталей не решена.

В настоящей работе на основе результатов комплексных исследований механизмов и кинетики процессов упрочнения сталей и различных сплавов (медных, алюминиевых, циркониевых, ванадиевых) в широком диапазоне условий нагружения и температур деформации анализируются новые возможности управления балансом прочности и пластичности, разработаны научно-технологические подходы к созданию особых структурно-фазовых состояний, обеспечивающих такой баланс в различных сплавах. Результаты работы развивают направление создания металлических материалов методами пластической деформации и дизайна неравновесных структур.

Этим решались задачи разработки способов упрочнения при правке листовых материалов на основе меди, получения полуфабрикатов и отработке технологии создания изделий медицинского назначения из Zr–Nb сплавов, создания новых композиционных материалов на основе меди и алюминия для электротехники, разработки схем и режимов упрочняющей деформационно-термической обработки новых сталей для горячего прессования (сталей с регулируемым аустенитным превращением при

эксплуатации – РАПЭ).

Актуальность исследований подтверждается необходимостью выявления причин потери пластичности при упрочнении в процессе производства изделий из медных, алюминиевых, циркониевых сплавов и композиционных материалов на их основе, а также структурных механизмов повышения высокотемпературной прочности экономнолегированных инструментальных сталей.

Решение этих задач предусмотрено Государственным заданием, проектами ГК Росатом, Федеральными целевыми программами и соответствует актуальным научно-техническим направлениям развития РФ.

Цель и задачи работы.

Целью работы является изучение механизмов упрочнения и сохранения пластичности при деформации, выявление структурных факторов, контролирующих эти процессы, разработка структур с высокой прочностью и пластичностью, обеспечивающих деформационное упрочнение и структурную аккомодацию (релаксацию напряжений), и способов их получения в сплавах разных классов для управления прочностью и пластичностью сплавов в широком диапазоне температур.

Основные задачи:

- 1 Выявление и анализ механизмов упрочнения и структурной аккомодации сплавов при пластической деформации;
- 2 Определение элементов структуры, обеспечивающих процессы аккомодации в сплавах различных классов;
- 3 Определение путей и способов получения структурно-фазового состояния (структурного дизайна) сплавов, обеспечивающих повышение прочности и сохранение их пластичности после малых и больших степеней пластической деформации;
- 4 Разработка способов повышения термической устойчивости упрочненного состояния сплавов и их высокотемпературной прочности.

Научная новизна.

1 Выявлены основные структурные механизмы и факторы обеспечения баланса высокой прочности и пластичности при холодной и горячей деформации и предложен общий подход для его достижения в различных сплавах путем создания структур, обеспечивающих упрочнение и достижение высокой прочности, структурную аккомодацию (релаксацию напряжений) при деформации, сохранение пластичности, термоустойчивость и высокотемпературную прочность сплавов.

2 Разработаны применимые к сплавам разных типов способы управления прочностью и пластичностью через их структуру: выявление причин низкой пластичности сплавов, улучшение их аккомодационной способности за счет выбора химического состава сплава или изменения исходной структуры, изменения схем и режимов деформационно-термической и термической обработки с использованием традиционных методов обработки давлением и методов больших пластических деформаций.

3 Определены структурные факторы упрочнения и структурной аккомодации в тонких полосах меди и медно-цинковых сплавов при деформации знакопеременным изгибом: в полосе технически чистой меди толщиной до 3 мм за счет создания градиентной структуры с упрочненной ячеистой дислокационной структурой в поверхностных слоях и вязкой сердцевинной и рассеяния кристаллографической текстуры; для латуней Л63 за счет создания структуры с двойниковыми границами во всем объеме полосы.

4 Для двухкомпонентных сплавов систем Al–Ce, Al–La и Al–Ni и многокомпонентных сплавов типа Al–Ca–Fe–Mn впервые показано, что многократное (в 4–6 раз) увеличение прочности с сохранением высокой пластичности (5–20 %) и повышенная термическая устойчивость достигаются при создании композитной эвтектической структуры с отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего компонента и обработки методами больших пластических деформаций за счет

формирования нано- и субмикроструктурной структуры с малой плотностью внутрикристаллических дефектов и измельчения или распада эвтектических частиц.

5 Установлены закономерности структурообразования и выявлены структурные факторы упрочнения циркониевых сплавов при больших пластических деформациях методами кручения под высоким давлением, равноканального углового прессования и ротационнойковки. В сплаве Э125 прочность до 900 МПа и относительное удлинение до 5 % достигается за счет формирования структуры с 10–30 % ω -Zr-фазы при сохранении размера зерна в субмикронном диапазоне (100–300 нм). В сплаве Э125 без ω -Zr-фазы прочность до 820 МПа и пластичность до 30 % обеспечиваются формированием бимодальной ультрамелкозернистой структуры.

6 Впервые установлены закономерности структурообразования и выявлены структурные факторы управления балансом прочности и пластичности новых композиционных материалов «оболочка/стержень» на основе меди и алюминиевых сплавов Д16 или Al–La, полученных ротационнойковкой.

7 Методом кручения под высоким давлением созданы новые высокопрочные композиционные материалы на основе коррозионностойкой стали и ванадиевого сплава с ультратонкой мультислоистой структурой, обладающие высокой термической стабильностью упрочненного состояния до температуры 700 °С.

8 Для штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) экспериментально продемонстрирована склонность металла к накоплению дислокаций, а не к их аннигиляции при высокотемпературной деформации. Показано, что эффективное упрочнение и сохранение высокотемпературной прочности достигается легированием, обеспечивающим стабилизацию переохлажденного аустенита и создание в нем неравновесного состояния в условиях высоких температур, условия для выделения упрочняющих фаз и повышения плотности дислокаций при

высокотемпературной деформации. Впервые выявлены механизмы и структурные факторы, обеспечивающие сохранение горячего упрочнения в сталях с РАПЭ, и проведена количественная оценка их отдельного вклада в общее горячее упрочнение.

Практическая значимость.

Предложенный общий подход к достижению баланса прочности и пластичности, и способы управления пластичностью через структуру сплавов реализованы при создании состояний с высокой прочностью и пластичностью в сплавах разных классов и новых технологий получения изделий из них:

1 Способ одновременной правки полуфабриката и его упрочнения за счет знакопеременной деформации изгибом освоен в производственных условиях ИМЕТ РАН и рекомендован для использования в существующих и перспективных технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов (в рамках Госзадания).

2 Разработана технология получения длинномерных прутков из биоинертного сплава $Zr-2,5\% Nb$ методом ротационнойковки, обеспечивающая получение комплекса механических свойств, удовлетворяющего требованиям к конструкционному материалу для изготовления медицинских имплантатов, которая использована на предприятии ООО «3Д-КОМПОНЕНТ» (г. Волгодонск) при производстве конструкционных элементов стоматологических имплантатов.

3 Предложены схемы и режимы деформационно-термической обработки стали с РАПЭ для управления степенью горячего упрочнения в интервале температур 450–800 °С и повышения ресурса штампового инструмента при рабочих температурах до 800 °С.

5 Созданы новые композиционные материалы на основе меди и алюминиевых сплавов систем $Al-Cu-Mg$ и $Al-La$ и определены режимы их деформационной и термической обработки, обеспечивающие достижение

заданного баланса прочности и пластичности. В производственных условиях ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» получены высокопрочные и термоустойчивые композиционные проводники «медь/алюминиевый сплав Al-10 % La» (электропроводность свыше 70 % IACS) в виде проволоки диаметром 0,75–0,5 мм для применения в электротехнике.

6 Результаты изучения механического поведения углеродистых и малолегированных сталей при температурах до 1200 °С использованы для обоснования безопасности корпуса и конструктивных элементов устройства локализации расплава российских атомных реакторов ВВЭР нового поколения.

7 Разработанные материалы, методы и технологические режимы защищены 3-я патентами РФ и 7-ю ноу-хау.

Достоверность. Результаты получены на широком спектре металлических материалов (с различным химическим составом, кристаллической решеткой, с разным структурно-фазовым состоянием) с использованием современных методов исследований, испытаний и техники эксперимента, с большим объемом структурных исследований и механических испытаний, с необходимым для получения достоверных данных количеством измерений и применением специального программного обеспечения для обработки результатов.

Вклад соискателя. Личный вклад автора диссертационной работы состоит в формулировании концепции работы, анализе состояния вопроса по теме работы и постановке задач, составлении плана проведения лабораторных исследований и испытаний, в получении, обработке, анализе и обобщении результатов, формулировании выводов.

Материалы для исследований предоставлены: алюминиевые сплавы – Наумовой Е.А., сталь с РАПЭ – Кругляковым А.А., одним из создателей нового класса высокопрочных сталей для горячего прессования.

Апробация работы. Основные результаты работы обсуждались на Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по

термомеханической обработке металлических материалов» (г. Москва, 2019 г), Международном симпозиуме "Перспективные материалы и технологии" (г. Брест, 2019 г), Третьей Международной Школе Молодых Ученых «Актуальные проблемы современного материаловедения» (г. Тольятти, 2019 г), VIII-й Международной конференции с элементами научной школы для молодежи "Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества" (г. Суздаль, 2020 г.), XI-й Международной конференции "Фазовые превращения и прочность кристаллов ФППК-2020" (г. Черноголовка, 2020 г.), X-й Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2020/2021" (г. Москва, 2021 г.), LXIII-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности АПП-2021» (г. Тольятти, 2021 г.), Международной научно-технической конференции «Инновационные технологии, оборудование и материалы машиностроительного производства» (г. Москва, 2022 г.), IX-й Международной конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (г. Суздаль, 2022 г.), XI-й Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2023 (г. Москва, 2023 г.), XI-й Международной школе «Физическое материаловедение» (г. Тольятти, 2023 г.).

Публикации. Основные результаты работы опубликованы в 60 статьях в рецензируемых отечественных и зарубежных научных журналах, в т.ч. в 20 статьях в журналах из перечня ВАК и в 40 статьях в журналах, входящих в базы Scopus/Web of Science.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов и списка литературы из 335 наименований. Работа изложена на 240 страницах, содержит 15 таблиц и 75 рисунков.

Глава 1. Механизмы аккомодации и способы достижения высокой прочности и пластичности в сплавах

1.1 Повышение прочности и потеря пластичности при холодной деформации

Одним из основных требований к современным многофункциональным металлическим материалам является высокая прочность и запас пластичности. Прочность обеспечивает работоспособность и надежность изделия при эксплуатации в штатных условиях, в то время как пластичность материала обеспечивает технологичность при производстве изделий, устойчивость изделий при локальной перегрузке и в аварийных ситуациях.

Основным способом достижения высокой прочности металлических материалов с различной структурой является холодная пластическая деформация, сопровождающаяся повышением сопротивления материала по мере увеличения степени деформации, т.е. деформационным упрочнением (явление деформационного наклепа), которое сохраняется и после деформации [1-5]. Основным механизмом деформационного упрочнения заключается в накоплении в структуре металла высокой плотности дислокаций, что увеличивает напряжение, необходимое для их перемещения [1, 6]. Это с одной стороны приводит к упрочнению – повышает предел текучести металла, а с другой, уменьшая длину свободного пробега дислокаций, ограничивает величину пластической деформации, т.е. ухудшает характеристики пластичности. Поэтому обычно повышение прочности приводит к потере пластичности (см. рисунок 1) [5, 7, 8].

В процессе пластической деформации изменяется плотность и распределение дислокаций, и таким образом формируется дислокационная структура (субструктура) металла. Общие закономерности изменения дислокационной структуры в процессе деформации хорошо известны: с увеличением степени деформации происходит накопление дислокаций в

структуре металла в результате работы источников Франка-Рида, далее образуются скопления дислокаций у препятствий и формируются ячеистые дислокационные структуры, для которых характерно наличие участков (ячеек) с относительно низкой плотностью дислокаций, разделенных стенками с высокой плотностью дислокаций. С дальнейшим увеличением степени деформации возможны процессы аннигиляции дислокаций из-за их взаимодействия и фрагментации (полигонизации) с образованием малоугловых структурных элементов [1, 2, 6]. Особенности изменения дислокационной структуры в процессе деформации определяются в первую очередь типом кристаллической решетки и микроструктурой металла, и зависят от условий деформации (степени, температуры и скорости деформации и других факторов).

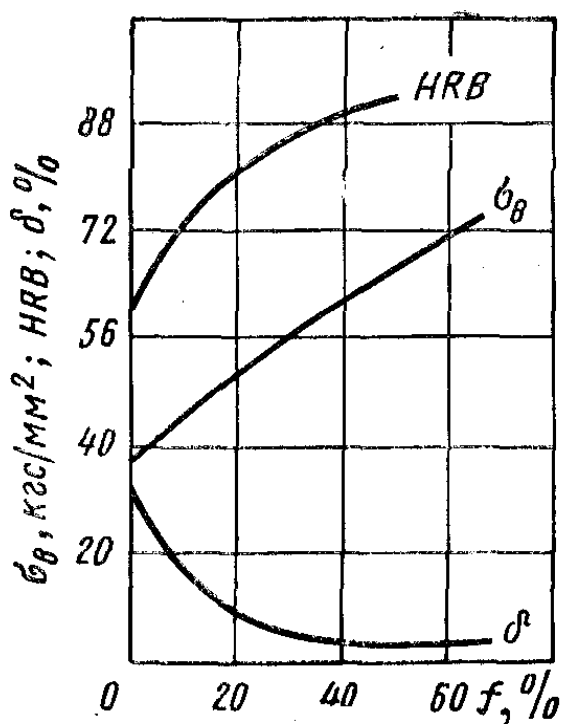


Рисунок 1. Зависимость механических свойств стали от степени холодной деформации [5]

При наибольших степенях деформации с использованием «мягких» или специальных схем деформирования (без разрушения металла) происходят

наиболее развитые процессы перестройки дислокационных структур, приводящие к образованию новых зерен и формированию ультрамелкозернистой структуры [9, 10].

Наиболее полную картину механического поведения металла при пластической деформации дает кривая «напряжение-деформация», которую обычно получают при испытании на растяжение. Характер кривой «напряжение-деформация» определяется изменением коэффициента (модуля) деформационного упрочнения – производной напряжения по деформации, который количественно характеризует величину деформационного упрочнения и фактически определяет наклон кривой деформации [2].

В качестве характеристик прочности обычно определяют условный (по величине остаточной деформации 0,2 % – $\sigma_{0,2}$) или физический предел текучести и предел прочности (временное сопротивление разрыву – σ_{0B}). При этом существуют разные оценки пластичности материала [2, 7]. Наиболее общими из них являются величины полного остаточного относительного удлинения (δ) или сужения площади поперечного сечения образца, которые определяют при испытании на одноосное растяжение. Реже измеряют величину равномерного удлинения (до момента локализации пластической деформации в шейке – $\delta_{\text{равн.}}$), несмотря на то, что данный показатель наиболее предпочтителен для оценки запаса пластичности материала [11]. Технологическую пластичность определяют в условиях, приближающимся к тем или иным технологическим операциям и процессам обработки давлением. Например, способность листа подвергаться глубокой вытяжке при холодной штамповке оценивают по методу Эриксона, согласно которому основным показателем пластичности является глубина лунки до появления трещины. Установить единый показатель пластичности невозможно, так как пластичность зависит от механической схемы нагружения и типа образца.

Обычно снижение пластичности с повышением степени деформации наблюдается у многих металлов и сплавов после их обработки холодной

деформацией с использованием большинства традиционных методов обработки давлением (прокатки, волочения,ковки, формовки и др.) [7, 8, 12, 13]. Так, на рисунке 2 представлены кривые «напряжение-деформация» образцов из отожженной меди, которые предварительно нагружали одноосным растяжением в диапазоне напряжений от условного предела текучести до предела прочности (150–200 МПа), затем снимали нагрузку и повторно подвергали растяжению до их разрушения [13]. Видно увеличение предела текучести образца при повторном нагружении до величины, соответствующей максимальному напряжению при предварительном нагружении (т.е. деформационное упрочнение сохраняется). При этом относительное удлинение уменьшается в 2 раза (с 45 до 22 %). Отметим, что причиной повышения предела текучести медных образцов, кроме действия наклепа, является усиление более «жестких» компонент кристаллографической текстуры $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$, которые формируются в процессе растяжения из-за переориентации кристаллитов [13].

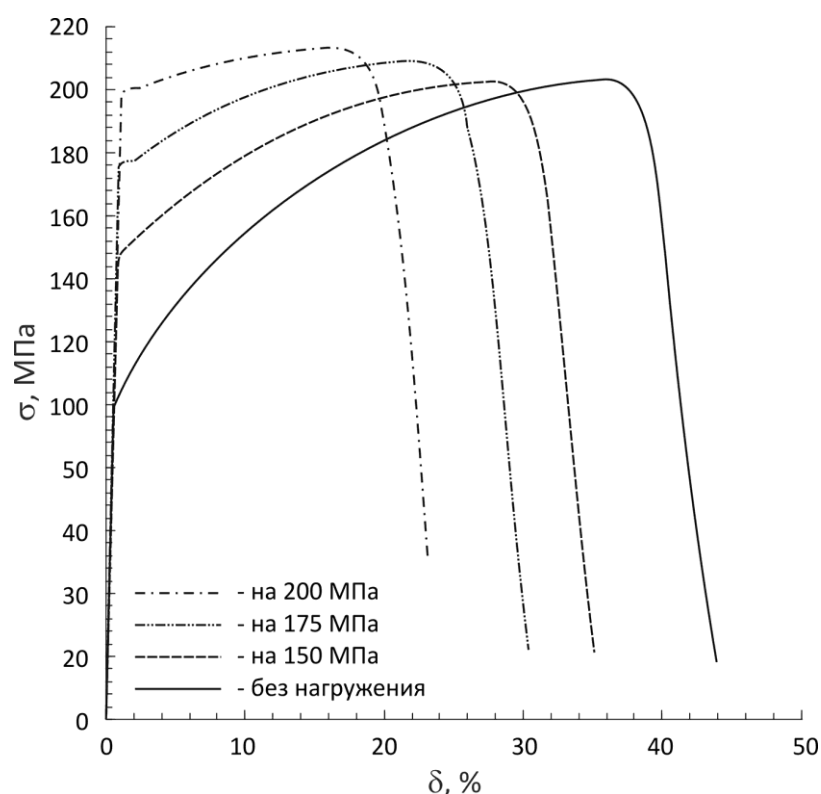


Рисунок 2. Кривые «напряжение-деформация» медных образцов до и после предварительного нагружения до разных уровней напряжения [13]

Холодная деформация циркониевого сплава Циркалой-2 со степенью 13 % приводит к снижению относительного удлинения в 2 раза (рисунок 3) [7].

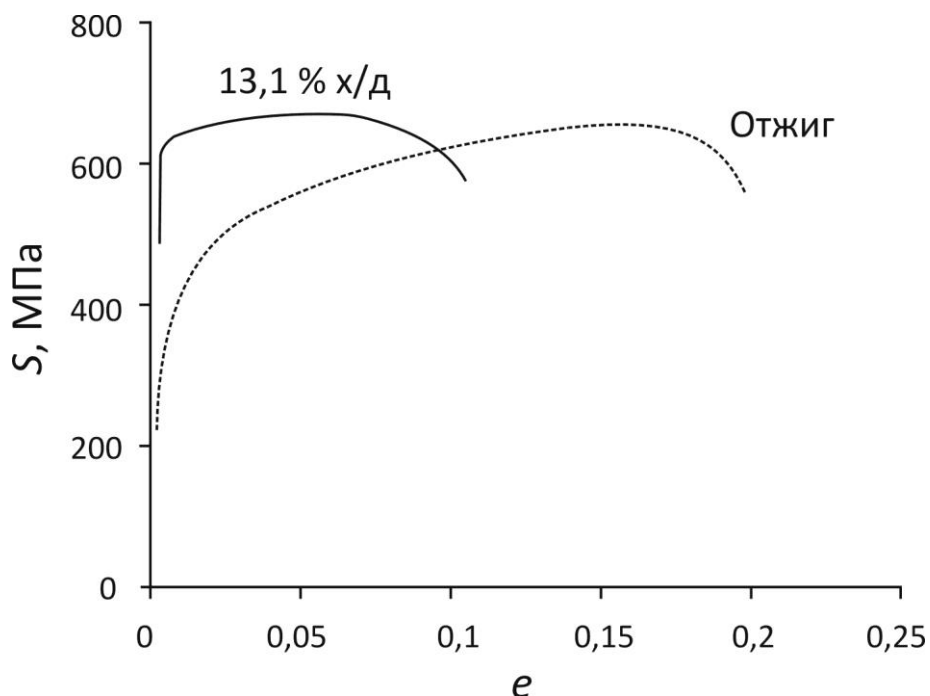


Рисунок 3. Изменение кривой «напряжение-деформация» циркониевого сплава Циркалой-2 с увеличением степени холодной деформации [7]

У трубных сталей типа 09Г2С снижение пластичности наблюдается в процессе трубного передела с использованием операций формовки и экспандирования даже при малых степенях холодной пластической деформации (около 5 %) [14-16].

Возможность повышения степени деформации при холодной обработке давлением лимитирована разрушением материала в процессе деформации, поэтому при холодной деформации наблюдается в основном повышение предела текучести, в то время как предел прочности обычно повышается слабее или остается неизменным [1, 7]. На рисунке 2 видно, что при повышении степени холодной деформации растяжением предел текучести медных образцов увеличивается в 2 раза, в то время как предел прочности заметно не изменяется. Похожий результат наблюдался и в случае

циркониевого сплава Циркалой-2, для которого повышение предела текучести в 1,8 раз в результате холодной деформации не приводит к повышению предела прочности (рисунок 3).

При наиболее «мягких» схемах нагружения при холодной деформации высокопластичных металлов (например, прокаткой) в ряде случаев удастся достичь более высоких степеней деформации, чем при «жестких» схемах нагружения (например, одноосным растяжением). Это приводит к повышению не только предела текучести, но и предела прочности. Однако в этом случае теряется почти весь запас пластичности металла [17-21]. Итак, величина упрочнения и прочность многих металлических материалов, достигаемые за счет холодной деформации с использованием традиционных методов обработки давлением, ограничены.

Таким образом, потеря пластичности ограничивает практическую возможность достижения высокой прочности при деформационном упрочнении сталей и сплавов с использованием традиционных методов холодной деформационной обработки.

1.2 Механизмы структурной аккомодации сплавов и возможность одновременного повышения прочности при сохранении пластичности

В большинстве случаев решением проблемы повышения пластичности холоднодеформированного металла является проведение рекристаллизационного отжига холоднодеформированного металла, что приводит к частичному или полному разупрочнению.

В зависимости от материала или схемы нагружения снижение пластичности при увеличении степени холодной деформации более или менее выражено. Однако общих подходов к сохранению пластичности при высокой прочности не выработано. Строго говоря, утверждение об обратной зависимости прочности и пластичности является следствием чисто механического подхода и не учитывает структурные особенности сплава.

Однако одновременное повышение прочности и пластичности сплава возможно за счет создания особого структурно-фазового и субструктурного состояния (структурного дизайна), обеспечивающего процессы аккомодации (релаксации напряжений) при нагружении, что не противоречит известным теориям физики прочности [22, 23].

Проблема повышения прочности металлических материалов при сохранении пластичности до настоящего времени однозначно не решена. Поэтому определение механизмов и выявление структурных факторов, влияющих на прочность и пластичность, а также способов управления структурой, позволяющих обеспечить значительное упрочнение без потери пластичности, остается актуальной задачей. Сложность ее решения связана с многообразием используемых конструкционных и инструментальных материалов и отсутствием единых подходов к теории прочности и разработке способов упрочнения и управления пластичностью сплавов.

В общем случае максимальная пластичность при устойчивом пластическом течении металла достигается при $e_p = n$ (где e_p – истинная равномерная деформация, n – показатель степени деформационного упрочнения), когда локализация деформации происходит из-за геометрического разупрочнения. Преждевременная потеря устойчивости пластического течения (локализация деформации в шейке) может наступить раньше из-за образования микротрещин, что приводит к пониженной пластичности $e_p \ll n$ [20]. В этом случае в материале существует резерв повышения пластичности за счет совершенствования структуры, создания условий для реализации механизмов структурной аккомодации и подавления раннего трещинообразования – задержки образования шейки. Таким образом, поставленная задача упрочнения материала без потери пластичности сводится к необходимости формирования в процессе деформации структуры металла, способной к структурной аккомодации (релаксации напряжений) при деформации.

Основные механизмы повышения прочности хорошо известны и

фактически все они заключаются в создании барьеров движению дислокаций: это собственно деформационное упрочнение за счет повышения плотности дислокаций, дисперсионное упрочнение, упрочнение границами зерен, твердорастворное упрочнение и др.; их действие контролируется особенностями структуры металла [1, 2, 6, 24, 25]. Некоторые механизмы упрочнения, например, за счет сегрегаций, изучены недостаточно. В то же время механизмы структурной аккомодации способной компенсировать снижение пластичности, вызванное упрочнением, изучены мало.

Механизмы структурной аккомодации (релаксации напряжений) заключаются в уменьшении концентрации напряжений в структуре, снижении плотности дислокаций, увеличении пути их пробега, в результате чего подавляется зарождение микротрещин или замедляется их развитие при нагружении, и предотвращается преждевременное разрушение [22, 23].

По-видимому, существуют, как общие для всех сплавов механизмы структурной аккомодации, так и отдельные для каждого типа материала, зависящие в первую очередь от его кристаллической решетки. Кроме этого некоторые механизмы структурной аккомодации различны в сплавах со структурой с обычным размером зерна (мелким и крупным – от 1 до 10 мкм и выше 10 мкм, соответственно) и в сплавах с ультрамелким размером зерна (менее 1 мкм) [26-29].

Одним из универсальных структурных механизмов повышения, как прочности, так и пластичности, является двойникование [30, 31]. С одной стороны многочисленные границы двойников служат дополнительными препятствиями для дислокаций, способствуя деформационному упрочнению материала. С другой стороны двойникование является резервом пластичности материала, поскольку при большой степени деформации границы двойников являются преодолемым энергетическим барьером для движущихся полных дислокаций, длина пути которых увеличивается.

Другим универсальным механизмом повышения прочности и пластичности является генерация геометрически необходимых дислокаций

из-за механической несовместимости деформации, что обеспечивает деформационное упрочнение при продолжении пластического течения [29]. Такой механизм может быть реализован за счет создания градиентных или бимодальных структур, причем бимодальные структуры эффективны в сплавах с ультрамелкозернистой структурой, в то время как разноструктурность в сплавах с обычным размером зерна, напротив, может привести к снижению пластичности.

Иные описываемые механизмы структурной аккомодации остаются дискуссионными. Наиболее часто их связывают с процессами аннигиляции дислокаций, например, за счет рекристаллизации [2, 5]. Обычно этот способ осуществляется за счет отжига холоднодеформированного металла, что приводит к повышению пластичности, но сопровождается одновременным снижением прочности, т.е. потерей эффекта деформационного упрочнения. Поэтому для повышения пластичности и сохранения высокой прочности более эффективно инициировать в сплаве процессы динамической рекристаллизации, позволяющие получать более мелкозернистую структуру, чем при статической рекристаллизации.

Для комплексного решения проблемы сохранения пластичности ультрамелкозернистых материалов требуется проанализировать причины ее резкого снижения в таких материалах. Для высокопрочных сплавов с ультрамелкозернистой структурой соотношение между σ_p и n может быть неопределенно, т.к. деформационное упрочнение крайне мало или полностью отсутствует. В ряде случаев, несмотря на отсутствие деформационного упрочнения, для ультрамелкозернистых материалов характерна довольно протяженная область локализованной деформации. Тем не менее, она имеет очень малый угол наклона к оси напряжений (т.е. имеет место быстрая потеря прочности при деформации, см. рисунок 4) [32, 33]. Возможность управления пластичностью таких сплавов в области локализованной пластической деформации за счет структурной аккомодации, т.е. увеличения угла наклона участка локализованной деформации к оси напряжений на

кривой «напряжение-деформация», ранее не изучалась.

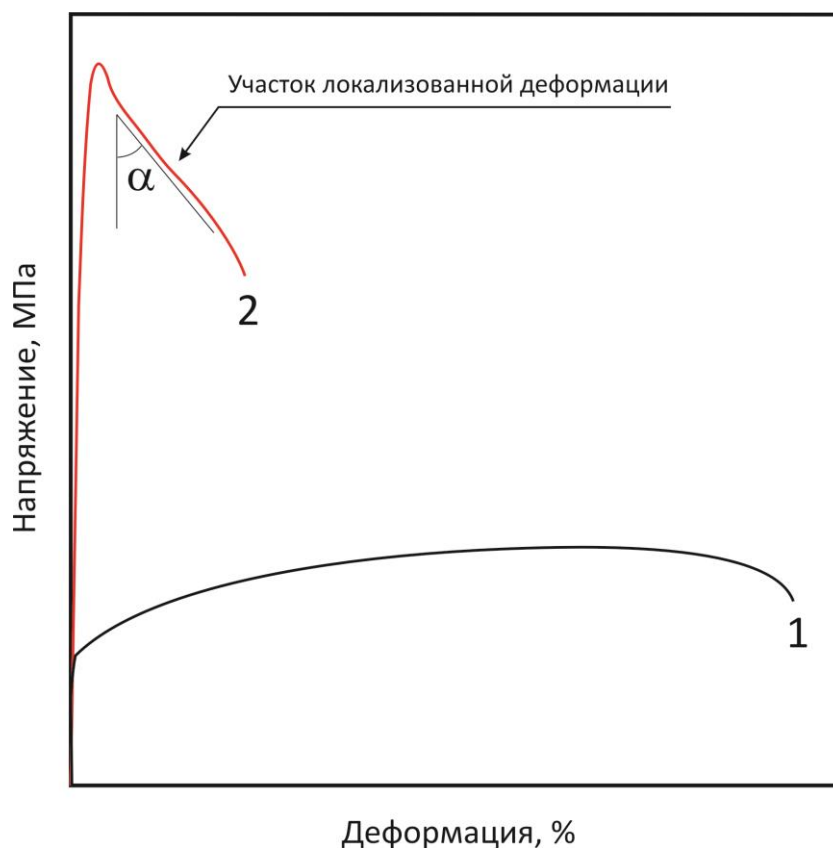


Рисунок 4. Типичная кривая «напряжение-деформация» материала с (1) крупнозернистой и (2) ультрамелкозернистой структурой

Низкую пластичность ультрамелкозернистых материалов обычно связывают с быстрой потерей устойчивости пластического течения и образованием шейки, что в свою очередь обусловлено различием процессов генерации дислокаций и скольжения в ультрамелкозернистых и крупнокристаллических материалах [2, 29]. В ультрамелкозернистых материалах накопление и аннигиляция дислокаций происходит в основном на границах зерен, возникает динамическое равновесие между накоплением и аннигиляцией дислокаций и как следствие отсутствие деформационного упрочнения и ранняя потеря устойчивости пластического течения (т.е. в таких материалах аннигиляции дислокаций, напротив, приводит к потере пластичности). На основе этого механизма предложены некоторые стратегические пути достижения высокой пластичности

ультрамелкозернистых материалов: нарушение баланса между накоплением дислокаций и аннигиляцией дислокаций на границах зерен для обеспечения деформационного упрочнения и поздней потери устойчивости пластического течения; перемещение дислокаций из границ зерен в тело нанокристаллических зерен с целью ускорения процесса аннигиляции; создание неоднородной (или бимодальной) структуры, состоящей из зерен разного масштаба, в которой механическая несовместимость между разнородными зернами вызывает упрочнение и др. [29]. Однако такой подход не является общим и содержит определенные противоречия: во-первых, отсутствие деформационного упрочнения из-за динамического равновесия между накоплением и аннигиляцией дислокаций на границах зерен характерно для нанокристаллических сплавов с размером зерна 10–20 нм и менее (при таком размере зерна изменяются механизмы деформации, в частности перестают работать источники Франка-Рида) [23], в то время как на практике размер зерна в ультрамелкозернистых сплавах обычно в несколько раз больше (в среднем 30–300 нм) [34–50]. Поэтому представляется целесообразным уменьшать, а не увеличивать плотность дислокаций внутри кристаллитов. Во-вторых, предлагая механизмы повышения пластичности ультрамелкозернистых материалов, авторы редко указывали конкретные способы их реализации в разных сплавах. В-третьих, при выборе стратегии повышения пластичности ультрамелкозернистых материалов важен учет морфологии структуры и субструктуры материала, фазового состава и прочих структурных факторов, которые будут зависеть от многих факторов.

Другим механизмом структурной аккомодации в ультрамелкозернистых материалах является сверхпластическая деформация, включая зернограницное скольжение и миграцию границ зерен [28, 29].

Известен подход для упрочнения и сохранения высокой пластичности сплава за счет создания градиентных структур, который заключается в формировании в очень тонком поверхностном слое металла-основы

ультрамелкозернистой структуры пластической деформацией [51]. Фактически такой способ относится к поверхностному упрочнению металла-основы.

Серьезной проблемой сохранения пластичности является неоднородность материала. В общем случае, любому материалу характерна структурная неоднородность, которая может проявляться на микро-, мезо- и макроуровне [52-54]. При этом неоднородность, влияя на процессы деформации и разрушения, может оказывать как положительное, так и отрицательное воздействие на пластичность. Наличие в структуре металла скоплений дислокаций при наличии других концентраторов напряжений будет ухудшать пластичность; с другой стороны, как было отмечено выше, градиентные и бимодальные структуры, напротив, могут положительно влиять на пластичность.

Анализ механизмов структурной аккомодации в сплавах с разной структурой после различных методов деформационной обработки позволил определить основные общие структурные факторы повышения пластичности при холодной деформации: повышение однородности микро- и макроструктуры, либо напротив создание градиентной или бимодальной структуры; достижение неоднородного распределения дислокаций в структуре, например, их группирования на границах ультрамелких кристаллитов, сформированных по механизму динамической рекристаллизации; формирование двойниковых и нанодвойниковых границ; рассеяние кристаллографической текстуры, либо напротив создание благоприятной для деформации текстуры и некоторые другие. Действие того или иного из рассмотренных структурных факторов в разных сплавах определяется как самим материалом, так и способом его деформационной обработки и достигнутой степенью деформации.

Практическое использование рассмотренных механизмов и структурных факторов аккомодации для повышения пластичности возможно как в сплавах с умеренным упрочнением традиционными методами

обработки давлением, так и в сплавах со сверхвысоким упрочнением при использовании специальных схем обработки давлением.

При использовании большинства традиционных методов обработки давлением реализация механизмов аккомодации ограничена, но, тем не менее, возможна при использовании деформационных схем, обеспечивающих немонотонность пластической деформации. Так, винтовая или радиально-сдвиговая прокатка, обеспечивающая немонотонность деформации, позволяет достичь одновременного повышения прочности и полного или частичного сохранения пластичности. В частности повышение прочности при сохранении пластичности было достигнуто в ряду титановых сплавов в условиях горячей прокатки, в то время как в чистом титане увеличение прочности в 2 раза привело к уменьшению пластичности при холодной прокатке (таблица 1) [55-58]. Однако, несмотря на перспективность этих методов, широкого применения они все еще не получили.

Некоторые механизмы структурной аккомодации были специально реализованы при создании материалов, например, ТРИП-сталей с эффектом пластичности, наведенной превращением [59], ТВИП-сталей [60], магниевых сплавов с благоприятной кристаллографической текстурой [61], а некоторые использованы в силу природы материала (например, двойникование в аустенитных сталях). В то же время на момент начала работы общий подход к использованию механизмов структурной аккомодации для повышения пластичности сплава не существовал, что серьезно осложняло решение проблемы одновременного повышения прочности при сохранении пластичности.

Таблица 1. Усредненные механические свойства титановых сплавов до и после деформационной обработки по схеме винтовой прокатки [55-58]

Сплав, обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа		σ_B , МПа		δ , %	
	до	после	до	после	до	после
BT1-0, радиально-сдвиговая прокатка при 400 °С, продольная прокатка при 400 °С, винтовая прокатка при комнатной температуре, отжиг при 350 °С	-	-	460	910	34	13
BT6, винтовая прокатка при 1000 °С, закалка в воду	646	809	966	949	14	12
BT8, винтовая прокатка при 1000 °С, охлаждение на воздухе 1 мин, закалка в воду	830	870	980	1090	13	14
BT30, винтовая прокатка	941	979	947	1009	7	6

1.3 Проблема термической устойчивости упрочненного состояния

Другой актуальной задачей является повышение термической неустойчивости упрочненного состояния металла (сохранение упрочненного состояния при отжиге). Известно, что наклеп частично или полностью снимается при нагреве (отжиге) до определенных температур [1, 62-66]. Снижение прочности при нагреве в основном связано с процессами снятия остаточных напряжений и рекристаллизации. Поэтому термическая устойчивость обычно напрямую связана с температурой рекристаллизации сплава, составляющей приблизительно 0,3–0,4 от температуры плавления ($T_{пл}$) [67]. Эта проблема особенно актуальна для металлов и сплавов с низкой температурой плавления, таких как алюминий и медь. Так алюминий зонной плавки (массовая доля алюминия выше 99,999 %) рекристаллизуется в течение нескольких суток даже при минус 37 °С [68], а алюминий

технической чистоты (массовая доля алюминия около 99,994 %) имеет температуру рекристаллизации 270 °С. Легирующие элементы обычно сильно повышают температуру рекристаллизации.

В ряде случаев при отжиге могут происходить процессы старения или упорядочения, что напротив приводит к повышению прочности и снижению пластичности сплава из-за усиления блокировки дислокаций или затруднения их генерирования [2].

Особенно остро проблема термической неустойчивости упрочненного состояния имеет место для ультрамелкозернистых материалов [9, 69, 70]. В таких материалах температура начала роста зерна, и связанного с этим разупрочнения, составляет всего 0,2–0,3 от $T_{пл}$, что ниже, чем температура начала рекристаллизации для обычных металлов [71]. Существуют некоторые способы, направленные на сохранение прочности таких материалов после нагрева, однако изменение пластичности при этом мало изучено.

Не менее актуальной задачей является сохранение прочности сплава при высоких температурах [1, 67, 72-76]. Хорошо известно, что в условиях горячей деформации при заданной температуре в металле одновременно идут два конкурирующих процесса – деформационное упрочнение («горячий наклеп») и динамическое разупрочнение [67, 73, 77-81]. Упрочнение при горячей деформации объясняется увеличением плотности дислокаций из-за их перемещений, образованием под воздействием внешней нагрузки скоплений дислокаций у границ зерен, взаимодействием дислокаций между собой, а также другими механизмами. Разупрочнение при горячей деформации происходит под действием многих взаимосвязанных процессов, среди них:

- 1) полностью динамические процессы, действие которые возможно только при наличии напряжения и/или определенной скорости деформации; их влияние не зависит от времени. К этим процессам относится переориентация в процессе горячей деформации плоскостей скольжения на

более благоприятные [64, 67, 82];

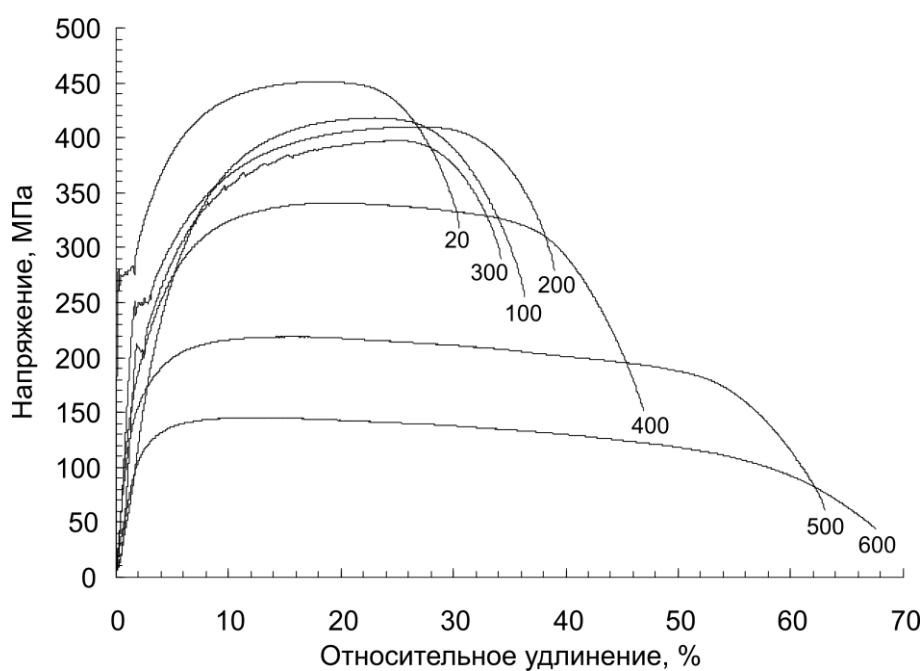
2) квазистатические процессы, которые инициируются только тепловой энергией, в связи с чем их влияние напрямую зависит от времени протекания самих процессов, среди них:

- изменение вторичных фаз в структуре металла: сфероидизация пластинчатых структур, укрупнение и коалисценция дисперсных частиц;
- возникновение локализации деформации и проявление теплового эффекта пластической деформации;
- динамический возврат, динамическая полигонизация и/или динамическая рекристаллизация, вносящие основной вклад в процесс разупрочнения при горячей деформации [67, 72, 83-87].

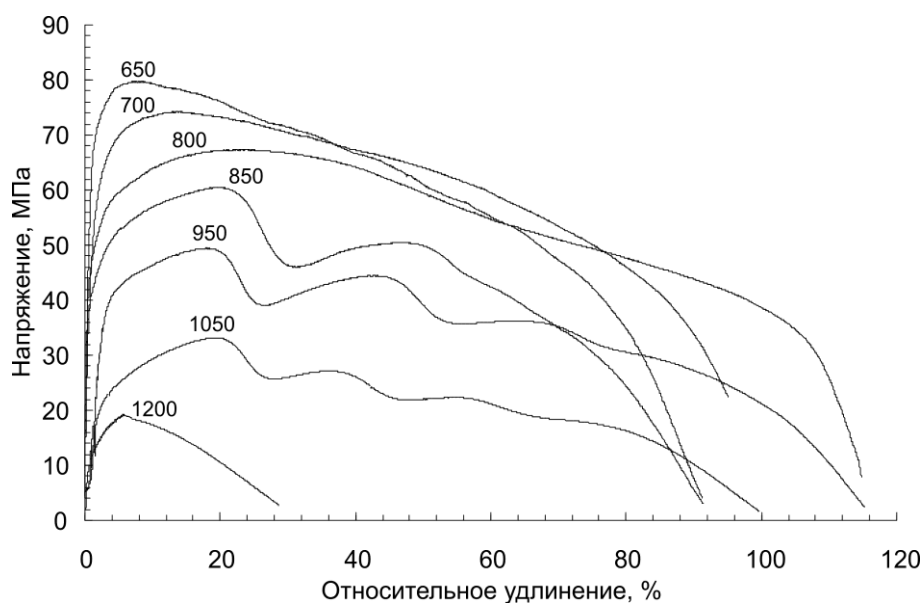
С повышением температуры деформации возрастают концентрация вакансий и диффузионная подвижность атомов. Диффузионный механизм переползания дислокаций снижает эффективность действия дислокационных барьеров. Таким образом, при повышенных температурах прочность металла определяется двумя факторами — температурой и временем. В ходе горячей деформации сталей процесс разупрочнения обычно превалирует над процессом упрочнения, т.е. горячий наклеп полностью или частично снимается [72, 88].

Повышение температуры деформации обычных углеродистых сталей неизбежно приводит к резкому снижению напряжения течения на кривых «напряжение-деформация» (рисунок 5) [23, 89-92]. Так, стали 22К и 09Г2С, независимо от структурного состояния, уже при низких температурах нагрева (около 100–200 °С) начинают терять прочность, а при температурах 500 и 600 °С соответственно для сталей 22К и 09Г2С, их прочность составляет всего 50 % прочности при комнатной температуре. Кроме этого меняется форма кривых «напряжение-деформация»: резко уменьшается величина равномерной деформации, достигая минимума при температурах 650 и 700 °С для сталей 22К и 09Г2С соответственно, что связано с процессами полигонизации. Деформация образцов сталей 22К и 09Г2С при

температурах выше 600 и 800 °С, соответственно, проходит через чередующиеся процессы упрочнения-разупрочнения из-за циклов динамической рекристаллизации, что отображается на волнообразной форме кривых «напряжение-деформация».



а



б

Рисунок 5. Кривые «напряжение-деформация» стали 22К при растяжении в интервале температур от (а) 20 до 600 °С и от (б) 650 до 1200 °С [92]

В высоколегированных сталях (например, в Cr–Ni аустенитных коррозионностойких) эффект снижения напряжения течения с ростом температуры ниже, и до определенных температур деформации (700–750 °С) наблюдается даже некоторое горячее упрочнение, связанное с наличием высоколегированного аустенита в структуре, тем не менее максимальный уровень горячего упрочнения будет ниже, чем достигнутый при более низкой температуре деформации [2, 93].

Увеличение высокотемпературной прочности сплавов достигается за счет повышения прочности межатомных связей, снижения диффузионной подвижности атомов и ограничения подвижности дислокаций. На практике это осуществляется за счет легирования твердого раствора основы сплава элементами с низкой диффузионной подвижностью, формирования гетерофазной структуры с выделениями высокостабильной дисперсной (5–20 нм) упрочняющей фазы (например, карбидных или нитридных фаз), увеличения размеров зерен и использованием некоторых других способов.

В то же время на практике термическую устойчивость материала и высокотемпературную прочность сплава обеспечивают использованием тугоплавких материалов в качестве основы, например, на основе хрома или никеля [94-100]. Повышение высокотемпературной прочности сплавов на стальной основе, с более низкой температурой плавления, ограничено решается путем создания дорогостоящих высоколегированных марок сталей (в том числе, легированных тугоплавкими элементами – вольфрамом) [101-108]. При этом в литературе не обнаружено ни одного известного способа сохранения горячего упрочнения.

1.4 Выводы к главе 1

1. Для сплавов разных классов возможен общий подход к обеспечению одновременного достижения высокой прочности и пластичности и разработаны практические способы управления балансом прочности и

пластичности в широком диапазоне температур, на основе создания структурно-фазового и субструктурного состояния материала, обеспечивающего одновременно упрочнение и процессы аккомодации при деформации, а также стабилизацию (сохранение) таких структур при повышенных температурах.

2. Практическая реализация предложенного подхода для достижения высокой прочности и пластичности в металле требует комплексного анализа влияния химического состава, схем и режимов деформационной и деформационно-термической обработки на механизмы и кинетику процессов упрочнения и аккомодации для сталей и сплавов разных типов.

3. Выявлены структурные механизмы и факторы, обеспечивающие процессы аккомодации и повышения пластичности при деформации в разных сплавах (отличающиеся химическим составом, типом кристаллической решетки, размером зерна, структурно-фазовым состоянием, назначением), среди них: повышение однородности микро- и макроструктуры либо напротив создание градиентной или бимодальной структуры; формирование ультрамелкозернистой структуры по механизму динамической рекристаллизации с накоплением дислокаций на границах кристаллитов; формирование двойниковых и нанодвойниковых границ; изменение текстуры.

Глава 2. Структурные факторы и способы достижения высокой прочности и пластичности при малых степенях пластической деформации

2.1 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности при знакопеременной деформации

В большинстве технологических процессов с использованием традиционных методов холодной обработки давлением предельная степень деформации относительно невелика (обычно 5–40 %), что связано с разрушением материала при больших степенях деформации [4, 12, 17].

Структурные превращения в металле зависят как от схемы нагружения (деформирования), так и от степени деформации, при одинаковых условиях (температура, скорость и др.). Снижение пластичности (относительного удлинения) наиболее явно выражено после монотонной деформации (растяжением, прокаткой и т.д.), что в том числе, связано с усилением текстуры [1, 17].

Переход от монотонной схемы деформирования к немонотонной положительно влияет на пластичность [23]. Так, винтовая прокатка и ее разновидности, обеспечивая немонотонность пластического течения при деформации и относительно высокие степени сдвиговой деформации, позволяют достичь высокой прочности и сохранения пластичности ряда сплавов (см. Главу 1). Более простой схемой немонотонного деформирования, легко реализуемой на практике, является знакопеременный изгиб [109]. При этом такая обработка не изменяет размеры обрабатываемой заготовки.

Знакопеременная деформация, основанная на одно- и двухплоскостном изгибе в роликовых машинах, ранее применялась для обработки различных металлических профилей с целью получения мелкозернистой структуры в условиях теплой или горячей деформации [110]. В частности, изгиб в одной

плоскости использовался для обработки листов и труб малого диаметра из нержавеющей аустенитных и простых углеродистых сталей, изгиб в двух перпендикулярных плоскостях – для обработки труб из низкоуглеродистых сталей. К сожалению, ранние публикации практически недоступны, и в связи с этим отсутствует информация по используемым схемам и режимам знакопеременной деформации и достигнутым степеням деформации.

Сегодня знакопеременная деформация хотя и широко применяется в промышленности, в частности при правке листа или формовке труб [12, 111-113], но всё ещё остается вне широкого поля внимания ученых-исследователей. По результатам немногих исследований установлена возможность управления механическими свойствами листовых полуфабрикатов посредством знакопеременной упругопластической деформации, сохраняющей их геометрию [114-121]. Такое воздействие можно реализовать, используя распространенный (в том числе и при много тоннажном производстве) промышленный процесс правки листа на роlikоправильных машинах [13]. При такой обработке металлическая полоса проходит между верхней и нижней кассетами с горизонтально расположенными в одной плоскости приводными роliками и подвергается знакопеременному изгибу, попеременно огибая нижнюю часть роliков верхней кассеты или верхнюю часть роliков нижней кассеты [113, 119].

При знакопеременной упругопластической деформации по схеме изгиба достаточно широких полос реализуется плоское деформированное состояние, неоднородное по толщине обрабатываемой листовой заготовки, а за счет аккумулируемого процесса могут достигаться сравнительно высокие суммарные степени деформации. Поэтому такое воздействие на металлический материал должно оказывать существенное влияние на изменение его структуры, субструктуры и текстуры [121].

Влияние знакопеременной деформации на механические свойства чистых металлов и сплавов, таких как медь, магний, алюминий, сталь и др. изучалось в работах [117, 118, 120-125]. Установлено, что предел текучести

некоторых металлов и сплавов после такого воздействия может многократно увеличиваться по сравнению с исходным состоянием [118, 126, 127].

Для меди и медных сплавов показана возможность полного сохранения запаса пластичности при знакопеременном изгибе [13]. В настоящей работе исследовали образцы (полосы) чистой меди марки М1 (массовая доля меди 99,97 %) до и после знакопеременного изгиба. Полосы номинальных размеров (толщиной от 1,0 до 3,0 и шириной 20,0 мм соответственно) после смягчающего отжига (нагрев до 700 °С, выдержка 10 мин, охлаждение в воде или с печью – исходное состояние) подвергали знакопеременному упругопластическому изгибу за 1 проход на прецизионной роликоправильной машине ARKU 25/21 [13] (рисунок 6).

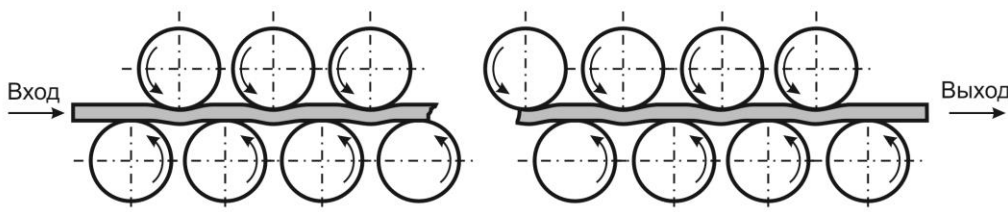


Рисунок 6. Схема процесса знакопеременного изгиба на роликоправильной машине ARKU 25/21

Для структурных исследований использовали световую микроскопию, сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) и трансмиссионную

электронную микроскопию (ТЭМ). Обработку полученных изображений структуры и их количественный анализ проводили в программной среде ImageExpertPro. Текстурный анализ образцов проводили на рентгеновском дифрактометре D8 Discover (Bruker AXS), оснащённом модулем поликапиллярной оптики (polycap) и подвеской Эйлера. Методом наклона образцов «на отражение» с использованием $\text{Cu K}\alpha$ -излучения регистрировали неполные прямые полюсные фигуры (ППФ) $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$, по которым рассчитывали функцию распределения зерен по ориентациям с помощью ПО MTEX.

Было установлено, что в чистой меди, в отличие от одноосной деформации растяжением, вызывающей наряду с повышением условного предела текучести существенное снижение относительного удлинения (см. рисунок 2), знакопеременная деформация повышает условный предел текучести медной полосы в толщине 3–1 мм в 1,5–4,0 раза при сохранении высокого значения относительного удлинения в диапазоне 50–30 %. С уменьшением толщины полосы величина пластичности (относительного удлинения), а также эффект ее сохранения уменьшается [13].

Для выявления механизмов и структурных факторов повышения прочности и сохранения пластичности были проведены исследования микроструктуры и механические испытания по толщине полосы (для полосы толщиной 3 мм). Механические испытания на одноосное растяжение проводили на полнотолщинных (толщина 3 мм и размер рабочей части 30 мм $\times$ 10 мм) и миниатюрных разрывных образцах (толщина 0,4 мм и размер рабочей части 5,0 мм $\times$ 1,4 мм) на машине INSTRON 5966 со скоростью растяжения $0,002 \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре. Образцы вырезали из средней (по толщине) части полосы и вблизи ее поверхности [13].

Проведенные испытания на растяжение показали, что в исходном отожженном состоянии условный предел текучести и предел прочности составили 102 ± 2 МПа и 205 ± 1 МПа соответственно, а относительное удлинение $43,0 \pm 0,5$ %. После воздействия знакопеременной деформации

изменение механических свойств медной полосы различно в ее средней (по толщине) части и в поверхностных слоях (рисунок 7). Так, вблизи поверхности полосы условный предел текучести повышается в 1,5 раза при незначительном увеличении предела прочности, в то время как в середине полосы прочностные свойства заметно не изменяются. Относительное удлинение также заметно не изменяется и остается на уровне около 40 % [13]. При таком деформационном воздействии в медной полосе образуется градиентная (по прочности) структура, а предел текучести поверхностных слоев полосы после знакопеременной деформации сопоставим с ее пределом текучести по всей толщине полосы.

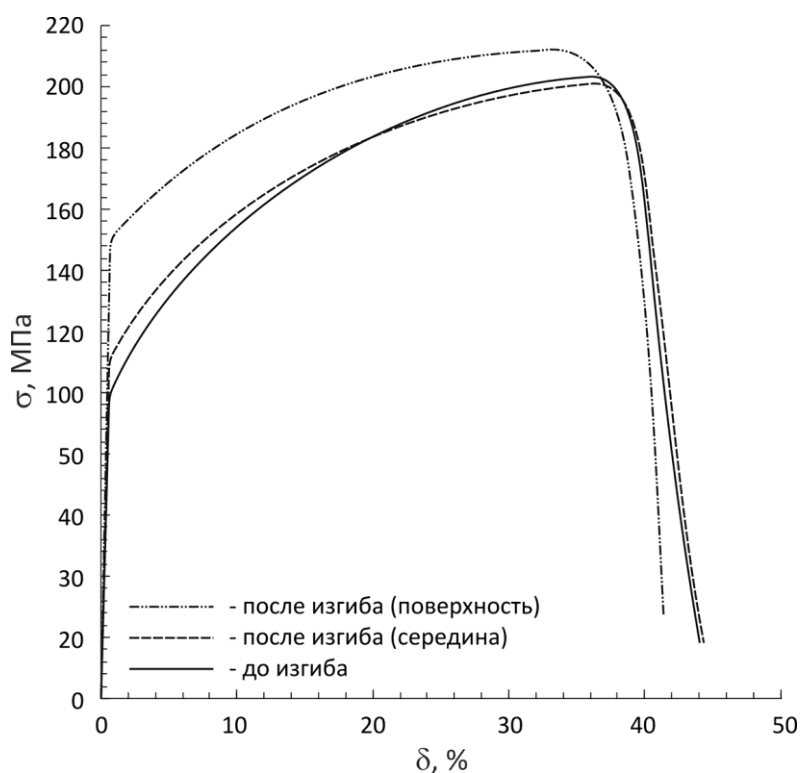


Рисунок 7. Кривые «напряжение-деформация» медных образцов до и после знакопеременного изгиба (для полосы толщиной 3 мм) [13]

Подобный эффект был достигнут при технологически более сложном поверхностном упрочнении меди за счет создания в ее тонком поверхностном слое ультрамелкозернистой структуры [51].

Наличие градиентной структуры подтверждают профили

распределения микротвердости по толщине медных полос до и после знакопеременной деформации: минимальные значения микротвердости наблюдаются в средней (по толщине) части полосы (66–74 HV), максимальные – у ее поверхностей (84–94 HV) (см. рисунок 8). Таким образом, в результате знакопеременной деформации микротвердость в середине медной полосы слабо увеличилась – в $\sim 1,2$ раза, а у поверхностей (на глубине до 0,6 мм) значительнее – в $\sim 1,6$ раза [13].

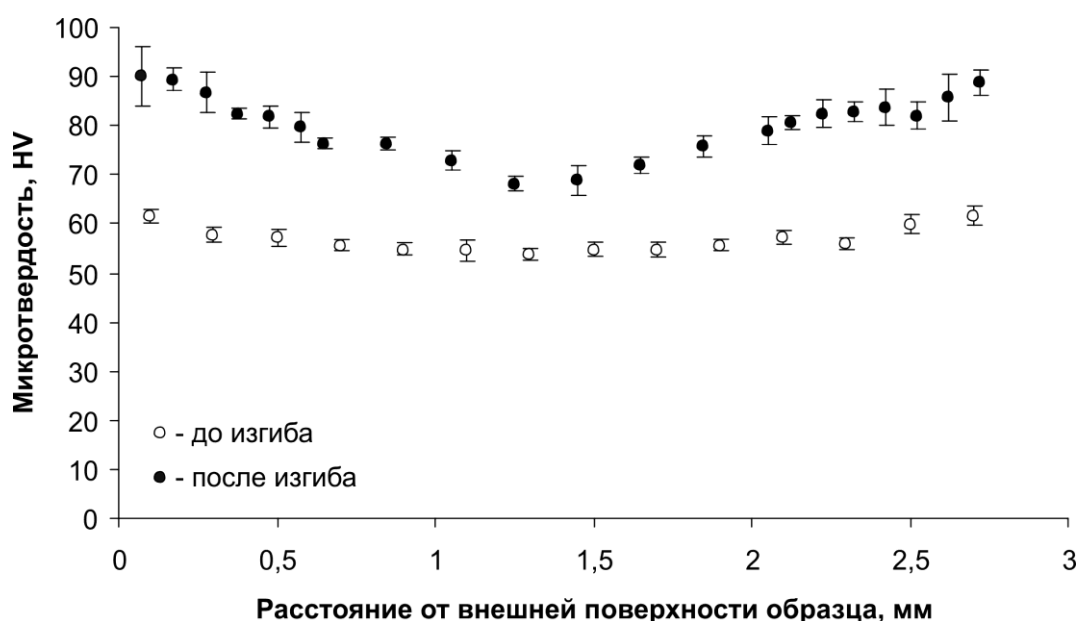
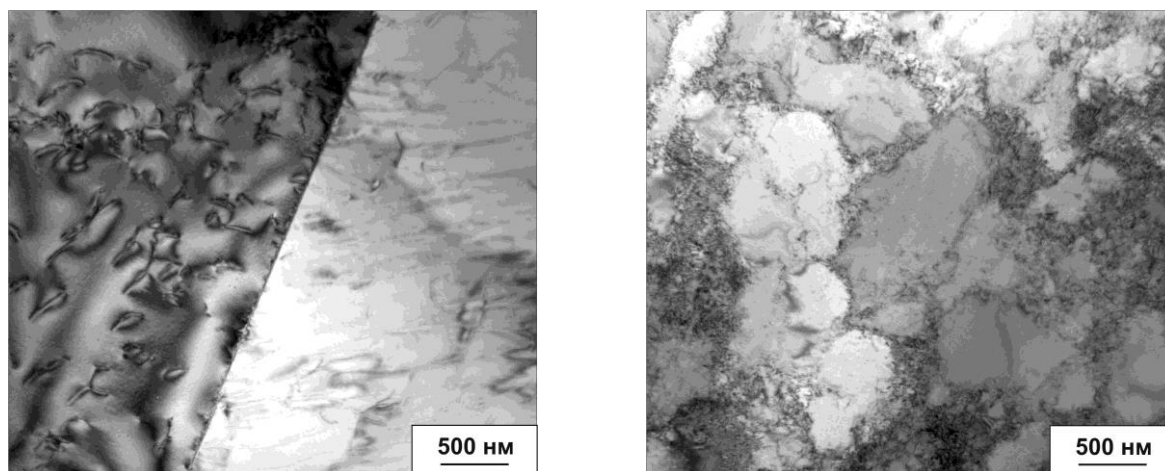


Рисунок 8. Профили распределения микротвердости по толщине медных образцов (для полосы толщиной 3 мм) [13]

Исследования структуры методом ТЭМ показали, что медный образец исходного отожженного состояния характеризуется крупнокристаллической структурой с высокой плотностью дислокаций внутри зерен (рисунок 9 а). После знакопеременной деформации еще более существенно повышается плотность дислокаций в поверхностных слоях полосы, при этом внутри большинства исходных крупных зерен формируется типичная ячеистая дислокационная структура (с размером ячеек 100–500 нм) с относительно низкой плотностью дислокаций внутри ячеек, но очень высокой плотностью дислокаций внутри стенок, разграничивающих ячейки (рисунок 9 б) [13].

Такая структура обеспечивает эффективное увеличение напряжения течения, способствуя повышению предела текучести [1].



а

б

Рисунок 9. Тонкая структура медных образцов до (а) и после (б) знакопеременного изгиба [13]

Для детальных исследований кристаллографической текстуры в медных образцах до и после знакопеременной деформации измерены неполные ППФ, по которым восстановлены полные ППФ (рисунок 10). Анализ ППФ показал наличие в образцах двухкомпонентной текстуры $\{110\}\langle 112 \rangle$ и $\{112\}\langle 111 \rangle$, причем после знакопеременного изгиба она рассеивается (ослабляется). Ослабление текстуры после знакопеременной деформации может являться одним из механизмов сохранения пластичности медного образца, несмотря на значительную величину холодного наклепа [13].

Таким образом, повышение прочности медной полосы связано с упрочнением ее поверхностных слоев за счет формирования в них ячеистой дислокационной структуры, а сохранение высокой пластичности обеспечивается градиентной структурой: упрочненными поверхностными слоями и неупрочненной средней (по толщине) части полосы, а также рассеянием кристаллографической текстуры [13]. Чем сильнее разупрочнен

исходный материал, тем эффект повышения прочности от знакопеременной деформации больше.

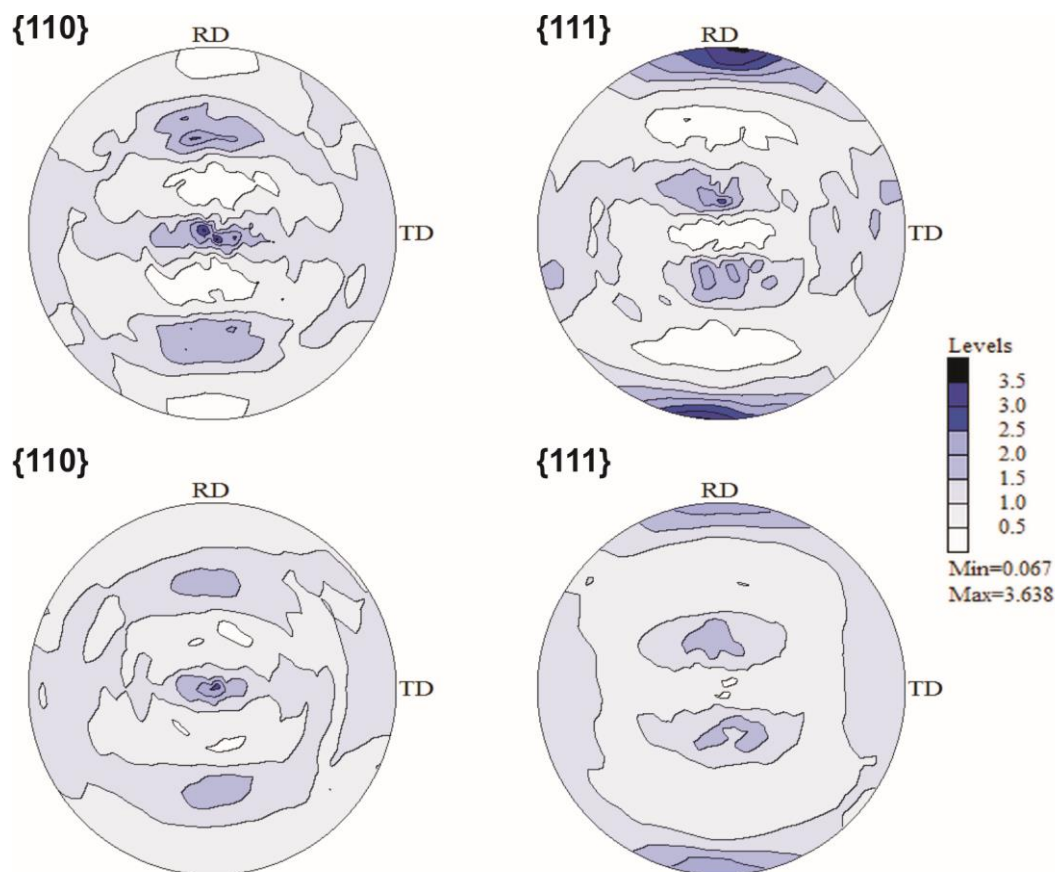
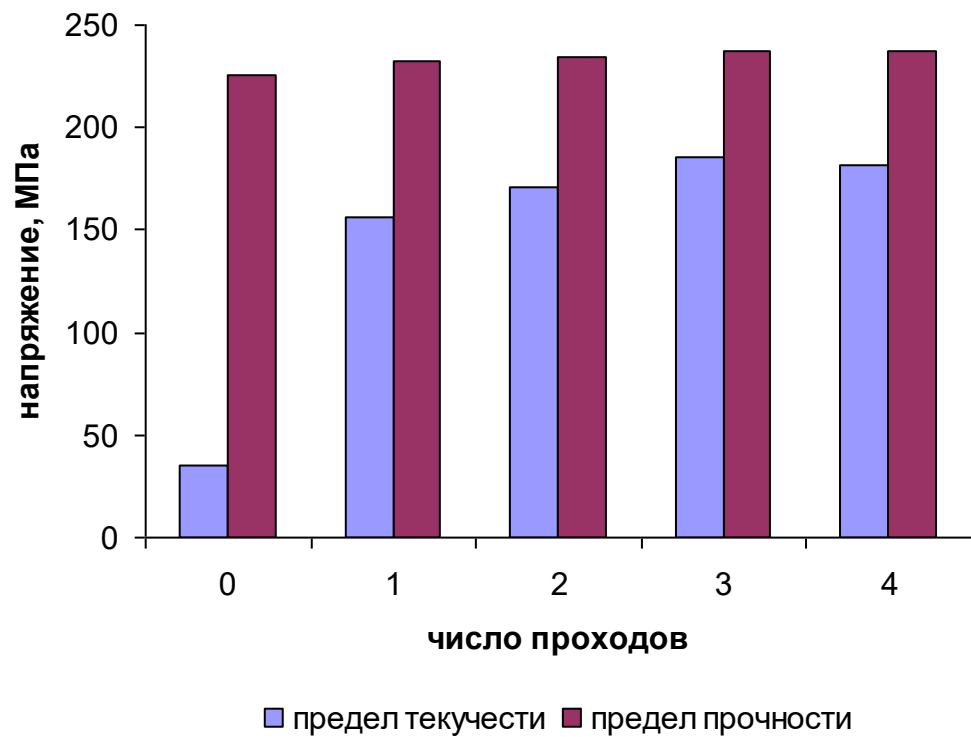
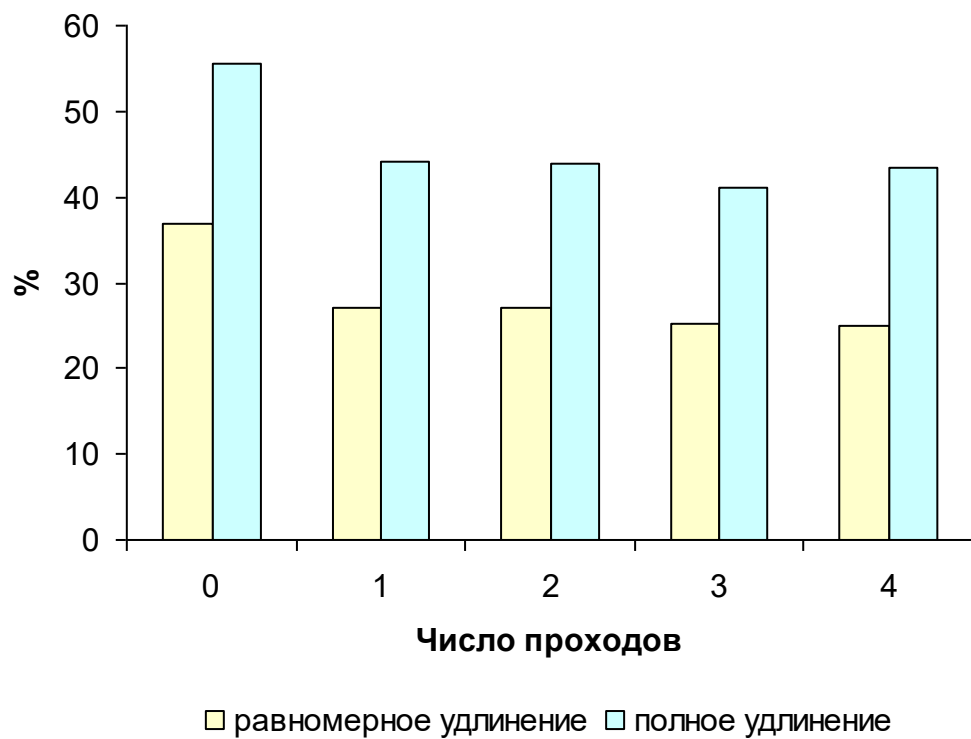


Рисунок 10. ППФ $\{110\}$ и $\{111\}$ медных образцов до (вверху) и после (внизу) знакопеременного изгиба [13]

Предел текучести полосы (при ее постоянной толщине 3 мм) монотонно увеличивается до 186 МПа с увеличением числа проходов от одного до трех при обработке на роlikоправильной машине и с дальнейшим увеличением числа проходов не меняется, при этом относительное удлинение, как полное, так и равномерное, сохраняется или немного уменьшается после первого прохода (в зависимости от исходного состояния медной полосы) и остается на постоянном уровне при увеличении числа проходов (рисунок 11).



а



б

Рисунок 11. Изменение (а) прочностных и (б) пластических свойств медных полос номинальной толщины 3 мм в зависимости от числа проходов при обработке на роликоправильной машине

Аналогичный эксперимент (обработка знакопеременной деформацией) на полосе латуни марки Л63 (63 % Cu / 37 % Zn) толщиной 3 мм не привел к образованию градиентной структуры (плотность дислокаций повысилась во всем объеме полосы, см. рисунок 12 *а*), при этом усилилась текстура [126]. Такие структурные изменения вызвали наряду с повышением предела текучести заметное снижение относительного удлинения (в 1,3 раза). Решением проблемы сохранения пластичности явилось создание, напротив, избыточной плотности дислокаций в структуре исходной (до знакопеременной деформации) полосы из латуни за счет снижения температуры предварительного отжига с 750 до 650 °С, что с учетом низкой энергии дефекта упаковки латуни изменяет механизм структурообразования при знакопеременном изгибе и измельчает зерно во всем объеме полосы за счет образования многочисленных двойниковых границ (рисунок 12 *б*) [23, 126, 127]. Такая структура обеспечивает не только повышение предела текучести в 1,6 раз и более высокий уровень прочности по сравнению с отжигом при 750 °С, но и сохранение высокого относительного удлинения (около 50 %).

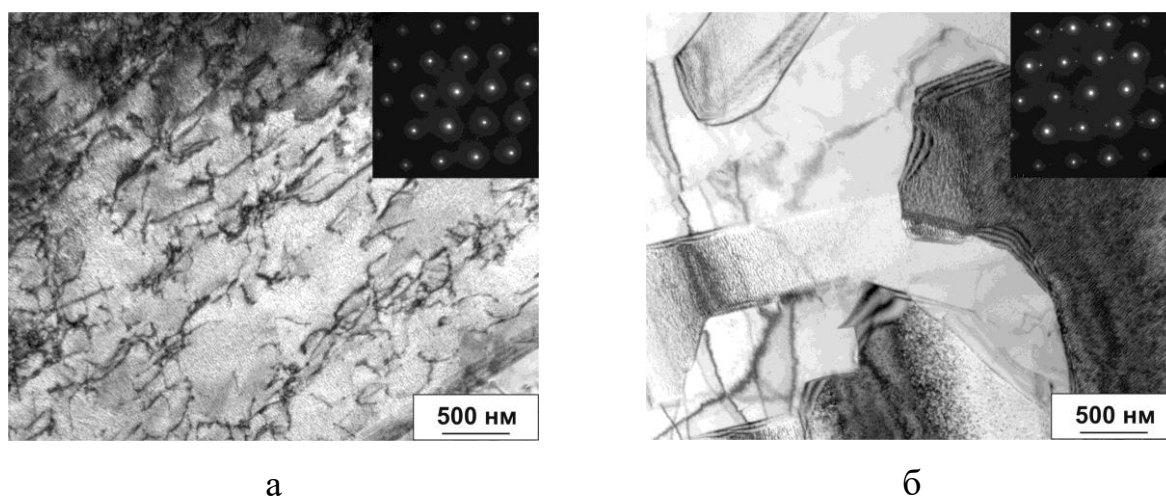


Рисунок 12. Тонкая структура латуни Л63 после знакопеременного изгиба для разных температур предварительного отжига: (а) 750 °С; (б) 650 °С [126, 127]

Выявленные механизмы упрочнения и аккомодации в сплавах на основе меди при знакопеременной деформации позволят управлять прочностью и пластичностью других ГЦК-сплавов, например, на основе алюминия, за счет выбора их предварительной термической обработки и режимов знакопеременной деформации (количества проходов).

Предлагаемый способ упрочнения путем знакопеременной деформации изгибом освоен в производственных условиях ИМЕТ РАН и рекомендован для использования в существующих и перспективных технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов (см. Приложение А).

2.2 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности при химико-термической обработке

Учитывая универсальность рассмотренных механизмов структурной аккомодации, безусловно актуальным является поиск альтернативных (не деформационных) способов изменения структуры в объеме сплава, обеспечивающего его эффективное упрочнение с сохранением высокого запаса пластичности. Это наиболее актуально для термонеупрочняемых материалов, например коррозионностойких хромистых и хромоникелевых сталей. В случае тонкостенных изделий таким способом является один из видов химико-термической обработки – высокотемпературное азотирование [128]. Такую обработку осуществляли на полосах из стали 08Х17Т толщиной 0,5 мм, которые подвергали азотированию при температуре 1000–1100 °С в среде чистого азота [129-131]. Массовая доля азота в образцах после 1 часа азотирования составляла $0,80 \pm 0,05$ %.

Для структурных исследований использовали световую микроскопию и ТЭМ. Обработку изображений структуры и их количественный анализ проводили в программной среде ImageExpertPro. Исследование состава фаз в

образцах проводили на рентгеновском дифрактометре RIGAKU Ultima IV с монохроматизированным излучением $\text{CoK}\alpha$. Анализ рентгеновских дифрактограмм и расчет объемной доли фаз проводили в программе PDXL. Механические свойства определяли при измерении микротвердости по Виккерсу в поперечном сечении полос и при испытании на одноосное растяжение плоских образцов с размером рабочей части $20 \text{ мм} \times 3,5 \text{ мм}$ на машине INSTRON 5966 при комнатной температуре и образцов с размером рабочей части $18 \text{ мм} \times 6,0 \text{ мм}$ на машине Zwick/Roell при температуре 700°C .

В исходном состоянии (до азотирования) структура стали 08X17T была рекристаллизованной со средним размером зерна α -твердого раствора феррита 25 мкм и немногочисленными частицами карбидов титана TiC размером до 10 мкм (рисунок 13 а). Высокотемпературное азотирование стальной полосы обеспечивает ее сквозное диффузионное насыщение азотом. После азотирования и охлаждения на воздухе стальная полоса приобретает мартенситно-аустенитную структуру по всему сечению из-за присутствия азота в стали, который является сильным стабилизатором $\gamma\text{-Fe}$ (аустенита). Достижение высокой прочности и пластичности такой структуры обеспечивается отпуском. На рисунке 14 приведен график зависимости механических свойств образцов объемно-азотированной стали 08X17T от температуры отпуска. Так после азотирования и отпуска при температурах $400\text{--}500^\circ\text{C}$ сталь сохраняет аустенитно-мартенситную структуру со следами нитридов типа Cr_2N (рисунок 13 б, в). Образец с такой структурой при растяжении разрушается хрупко в упругой области при невысоком напряжении из-за наличия в структуре пересыщенного азотом твердого раствора α -железа (азотистого мартенсита). После отпуска при 550°C азотированного образца в аустенитно-мартенситной структуре выделяются наноразмерные ($\sim 50 \text{ нм} \times 10 \text{ нм}$) нитриды типа Cr_2N с объемной долей около $1,5\%$. Это обеспечивает существенное повышение предела текучести до 820 МПа и предела прочности до 1200 МПа ; при этом пластичность остается

низкой из-за сохранения в структуре мартенсита. С повышением температуры отпуска до 575 °С объемная доля нитридов повышается до 5 %, и сталь приобретает структуру азотистого феррита. В структуре наблюдаются как вытянутые нитриды длиной до 250 нм, так и мелкие сферические (овальные) диаметром до 25 нм (рисунок 13 *д, е*). Дополнительное выделения дисперсных частиц нитридов приводит к увеличению предела текучести и предела прочности до максимальных значений 780 и 1440 МПа, соответственно, а относительное удлинение увеличивается до 5 % в результате обеднения азотом α -твердого раствора. Дальнейшее повышение температуры отпуска после до 600–700 °С приводит к укрупнению и увеличению объемной доли нитридов до 7–9 %; внутри зерен формируется ламеллярная структура, образованная чередованием пластин феррита и нитридов (ориентировка нитридов сохраняется в пределах одного зерна) (рисунок 13 *ж, з, и*). В результате укрупнения нитридов и обеднения азотом α -твердого раствора происходит монотонное снижение предела прочности до 1160–960 МПа и увеличение относительного удлинения до 10–16 % [131].

Таким образом, изменение механических свойств объемно-азотированной стали 08X17T при отпуске в интервале температур от 550 до 700 °С связано с преобладанием либо твердорастворного, либо дисперсионного механизмов упрочнения: наличием мартенсита в структуре стали при низких температурах отпуска (550 °С) и выделением частиц нитридов Cr_2N разной дисперсности с одновременным снижением концентрации азота в α -твердом растворе при повышении температуры отпуска до 575 °С и выше. Сочетание азотирования и отпуска в диапазоне температур 550–700 °С обеспечивает многократное упрочнение стальных полос до 1000–1400 МПа при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение 5–16 %) за счет создания во всем объеме полосы композитной структуры «азотистый феррит + нитриды хрома» (пластичность обеспечивается невысоким содержанием азота в α -Fe-твердом растворе)

[131].

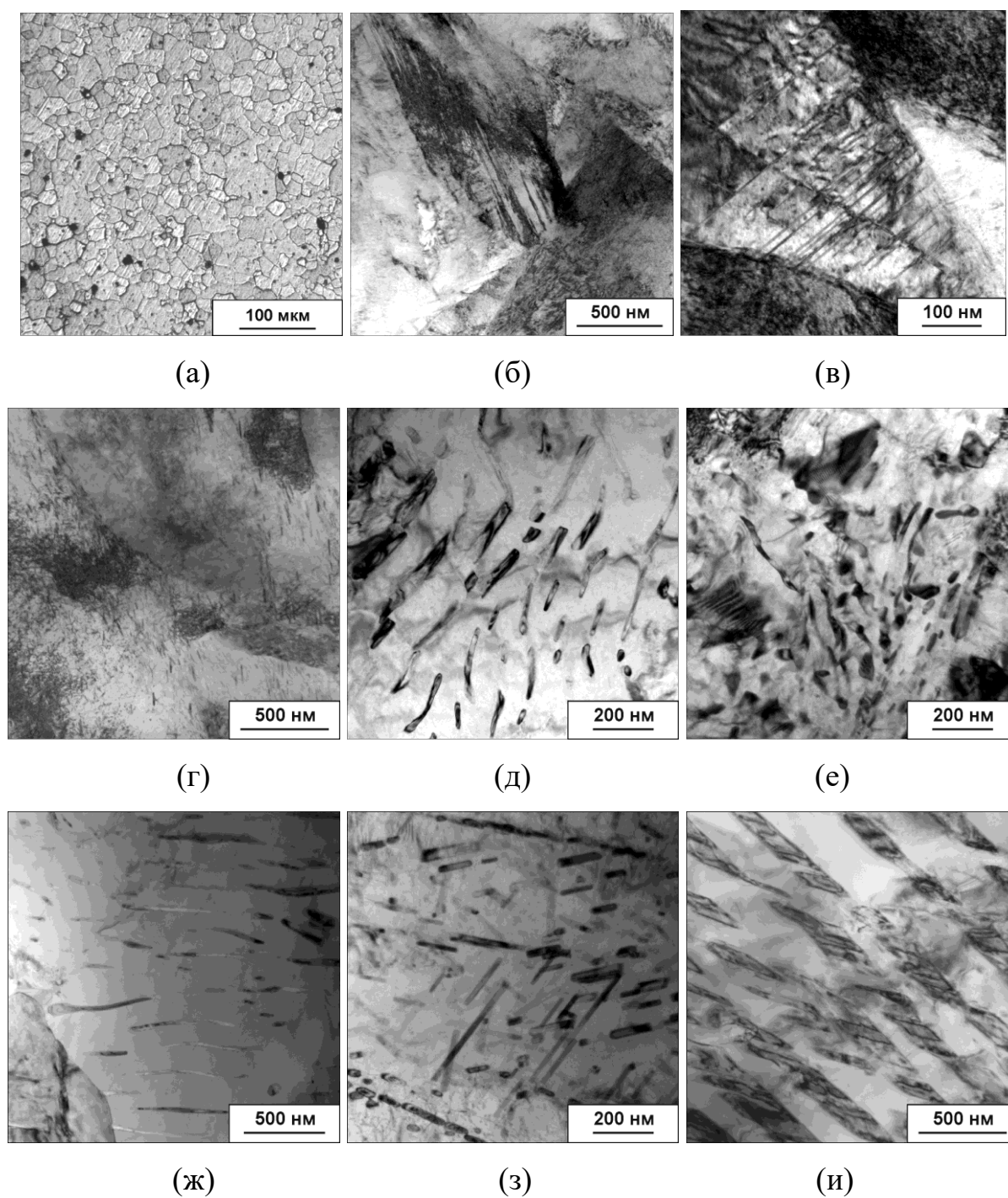


Рисунок 13. Структура стали 08X17Т в исходном состоянии (а), а также после высокотемпературного азотирования и отпуска при: б, в – 450 °С; г – 550 °С; д, е – 575 °С; ж, з – 625 °С; и – 700 °С (а – световая микроскопия; б-и – ТЭМ) [131]

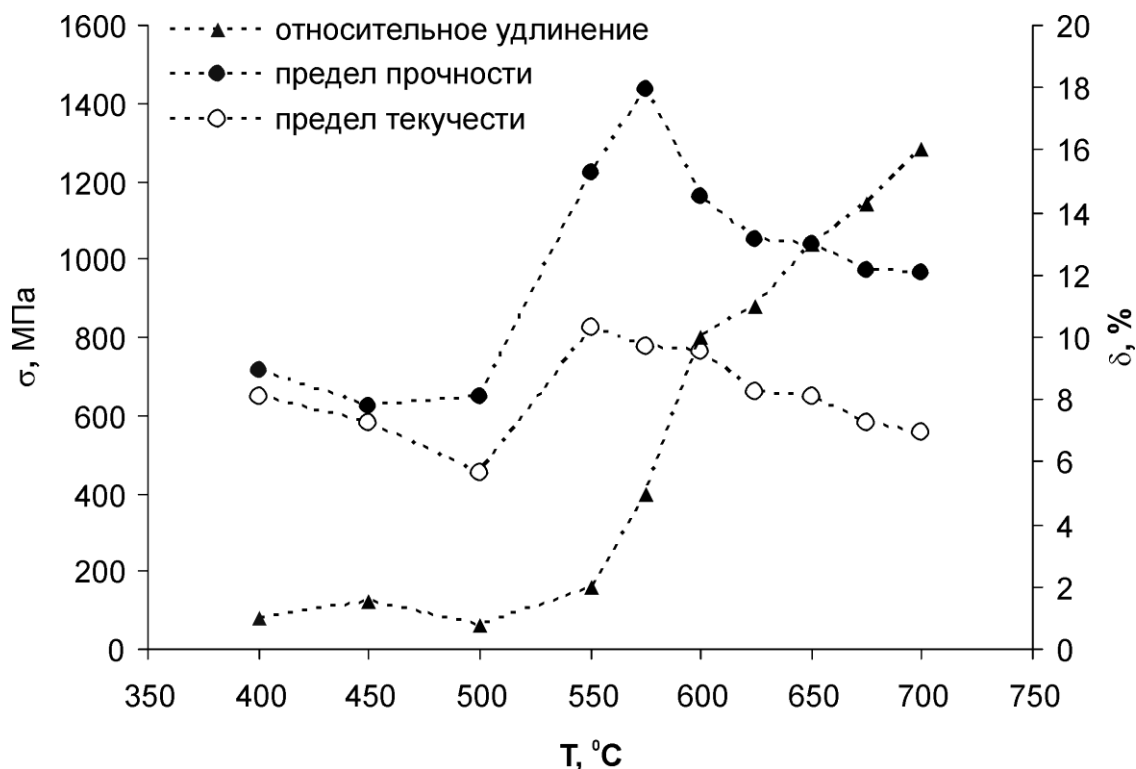


Рисунок 14. Зависимость механических свойств полосы объемно-азотированной стали 08X17T в толщине 0,5 мм от температуры отпуска [131]

Подобное механическое поведение после азотирования наблюдали и для стали 15X25T с более высоким содержанием хрома [132]. Важно отметить, что для упрочнения хромистых сталей рассмотренным способом не требуется использования сложного оборудования и подготовки специальной газовой смеси: процесс азотирования проводится в среде чистого азота под небольшим избыточным давлением с использованием обычных печей, позволяющих проводить обработку в вакууме или газовой среде, а время сквозного насыщения азотом полосы из стали 08X17T толщиной 0,5 мм составляет всего 60 мин. Данный способ защищен патентом РФ [133]. Кроме этого, такой способ можно использовать для обработки уже готовых стальных изделий. Использование метода пакетной прокатки позволяет в несколько раз увеличить толщину объемно-азотированного материала [134].

Рассмотренный метод химико-термической обработки (высокотемпературное сквозное азотирование) можно рассматривать как альтернативу прокатке для достижения высокой прочности в тонколистовых

изделиях или полуфабрикатах. При этом из анализа комплекса свойств, полученных после холодной деформации на стали близкого химического состава (08X18T1), видно, что уже при уровне прочности 710 МПа (что соответствует степени холодной деформации 13 %) относительное удлинение уменьшается до 9 %, а с дальнейшим увеличением степени холодной деформации уменьшается еще сильнее (таблица 2) [135]. В то время как объемно-азотированная сталь 08X17T обладает таким же относительным удлинением (10 %) при существенно более высокой прочности (1200 МПа).

Таблица 2. Механические свойства стали 08X18T1 в зависимости от степени холодной деформации [135]

Степень холодной деформации, %	Предел прочности, %	Относительное удлинение, %
0	540	36
13	710	9
29	790	3
46	870	2
55	890	2
60	920	2
66	980	2

В экспериментальных хромистых сталях типа X20Ф5 (<0,005 % С; 19,8 % Cr; 4,8 % V; Fe – остальное) и X20ФЦ (<0,04 %; 21,8 % Cr; 1,6 % V; 1,5 % Zr; Fe – остальное), с термически более стабильными нитридами за счет дополнительного легирования ванадием или комплексно (V + Zr), соответственно, формируемые при азотировании структуры обладают меньшей аккомодационной способностью по сравнению со сталями 08X17T и 15X25T, что существенно уменьшает их прочность и пластичность после объемного азотирования [136-139]. Причина низкой аккомодационной

способности заключается в изменении кинетики насыщения азотом сталей X20Ф5 и X20ФЦ и увеличении объемной доли азота, вошедшего в металл при азотировании. Это приводит к пересыщению азотом ферритной матрицы, ее сильному охрупчиванию и как следствие раннему трещинообразованию при деформации. При этом выделение нитридов ванадия и/или циркония при азотировании не приводит к дополнительному упрочнению: в первом случае из-за большого размера нитридов ванадия, во втором – из-за малой объемной доли нитридов циркония. Для повышения прочности и улучшения аккомодационной способности структуры в этих сталях требуется уменьшение содержания ванадия и увеличение содержания циркония, а также оптимизация режимов азотирования для уменьшения содержания азота в твердом растворе и получения оптимальной объемной доли (5–10 %), размеров (20–200 нм) и морфологии (близкой к сферической) частиц нитридов.

Увеличение прочности с сохранением высокого запаса пластичности за счет высокотемпературного азотирования достигнуто и на аустенитных хромоникелевых сталях типа 12X18H12T (в т.ч., титан-содержащих). Исследование проводили на полосах из опытных хромоникелевых сталей на базе марки 08X18H12T с повышенной массовой долей титана (1,5 и 3 %) толщиной 1 мм, которые выдерживали при температуре 1000–1100 °С в атмосфере чистого азота в течение 5–8 часов [140]. Средняя массовая доля азота в образцах после азотирования в течение 5 часов составила 0,6 и 0,7 % для сталей с 1,5 и 3 % титана, соответственно, а после азотирования в течение 8 часов – 0,8 и 0,9 %.

Показано, что высокотемпературное азотирование с отжигом при температуре около 1000 °С обеспечивает значительное (в 2–3 раза) повышение прочности полос по сравнению с состоянием до азотирования при сохранении высокой пластичности. На полосе из стали с 1,5 % титана достигнуто увеличение предела текучести до 600 МПа, предела прочности до 970 МПа, при относительном удлинении на уровне 28 %. Увеличение

массовой доли титана в стали до 3 % не приводит к дополнительному увеличению прочности.

Такое изменение механических свойств хромоникелевой стали обеспечивается формированием градиентной структуры (упрочненный азотсодержащий поверхностный слой и вязкая сердцевина), образованием двойниковых границ (рисунок 15), а также с дополнительным выделением нитридов хрома и титана и обеднением азотом твердого раствора.

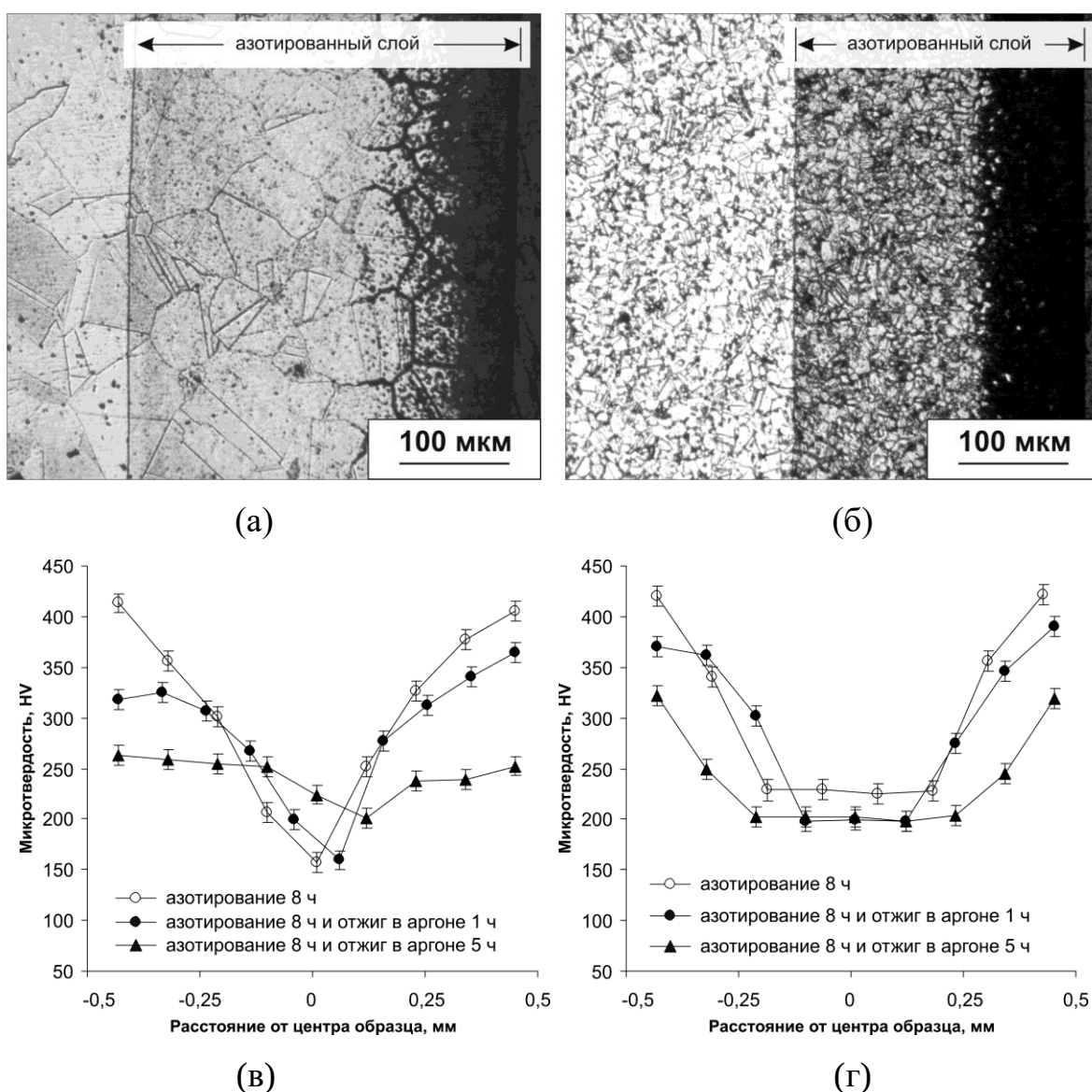


Рисунок 15. (а, б) поперечное сечение полос и (в, г) распределение микротвердости по толщине полосы хромоникелевой стали после высокотемпературного азотирования и отжига в аргоне: а, в – 1,5 % Ti; б, г – 3 % Ti [140]

Таким образом, для разных сплавов показано, что за счет создания необходимой исходной дислокационной структуры металла и за счет выбора схемы деформирования, обеспечивающей немонотонность деформации, можно эффективно управлять «противоположными» свойствами, используя традиционные методы обработки давлением: повышать предел текучести при сохранении высокой пластичности за счет реализации механизмов структурной аккомодации. Это расширяет возможности достижения высокой прочности и пластичности сплавов с использованием традиционных методов обработки давлением. В ряде случаев, при невозможности сохранения высокой пластичности сплава упрочненного холодной деформацией могут быть применимы альтернативные (недеформационные) способы упрочнения, обеспечивающие аккомодационные механизмы (например, объемное азотирование).

Независимо от рассмотренных способов формирования структур в сплавах, деформационного или химико-термического, в них действуют единые механизмы структурной аккомодации и одни и те же факторы, ухудшающие аккомодационную способность – понижающие пластичность за счет ранней локализации деформации и трещинообразования: высокая плотность дислокаций во всем объеме образца, скопления дислокаций, крупные включения и прочие концентраторы напряжений, наличие пересыщенного твердого раствора внедрения. Для повышения аккомодационной способности структур сплавов требуется формировать двойниковые границы, создавать градиентные структуры, уменьшать концентрацию твердого раствора внедрения, регулировать кристаллографическую текстуру. Наличие частиц вторых фаз в структуре является полезным механизмом дисперсионного упрочнения, но во многих случаях ухудшает аккомодационную способность структуры.

2.3 Выводы к Главе 2

1 Предложены и экспериментально реализованы для различных сплавов общие способы достижения требуемого баланса прочности и пластичности за счет выбора химического состава материала, режимов его исходной термической обработки и последующей деформационной обработки с использованием традиционных методов деформации, а так же недеформационных методов упрочнения;

2 Показано, что в медных сплавах для повышения прочности с сохранением высокой пластичности необходимы схемы обработки с немонотонной деформацией, например, знакопеременным изгибом, создающие, либо градиентные структуры (дислокационную ячеистую структуру в поверхностных слоях и вязкую сердцевину) и ослабляющие текстуру, либо формирующие в структуре двойники деформации;

3 В тонких (до 1 мм) полосах коррозионностойких хромистых сталей состояние с высокой прочностью (до 1000–1400 МПа) и высокой пластичностью (относительное удлинение 5–16 %) обеспечивается созданием после высокотемпературного азотирования с последующим отпуском в интервале температур 550–750 °С композитной структуры «азотистый феррит + нитриды хрома»; а в хромоникелевых сталях упрочнение в 2–3 раза (до 980 МПа) и пластичность до 30 % достигается за счет формирования градиентной (по прочности) структуры, развития двойникования и выделения частиц нитридов.

Глава 3. Структурные факторы и способы достижения высокой прочности и пластичности при больших степенях пластической деформации

3.1 Общие проблемы управления балансом прочности и пластичности при больших пластических деформациях

Наибольшее повышение прочности металла можно достичь за счет увеличения степени холодной пластической деформации, т.е. перехода в область больших пластических деформаций (более известных в литературе как «интенсивные пластические деформации») [9, 141, 142]. Известно, что за счет использования методов больших пластических деформаций можно получать ультрамелкозернистую (менее 1 мкм) структуру в чистых металлах и сплавах и переводить их в особое, в т.ч. неравновесное фазовое и структурное состояние, что приводит к значительному (иногда многократному) повышению прочности [34-38]. На практике сверхбольшие степени деформации для ряда материалов достижимы даже с использованием традиционных схем обработки давлением, например, волочением или экструзией [23]. Так получают высокопрочные наноструктурированные проводники *in situ* на основе медной матрицы и ОЦК/ГЦК металлических волокон (Fe, Nb, Cr, V, Ag) с прочностью свыше 1000 МПа [143-157]. В основном для достижения сверхвысоких степеней деформации в металле без его разрушения используют специальные схемы деформирования: кручение под высоким давлением (КВД), равноканальное угловое прессование (РКУП), ротационную ковку (РК) и др. [158-163]. Одной из важнейших не до конца решенных проблем является крайне низкая пластичность многих ультрамелкозернистых материалов вплоть до нулевой (на макроуровне) [9, 23]. Поэтому задача повышения пластичности высокопрочных ультрамелкозернистых материалов еще более актуальна, чем в случае материалов, упрочненных традиционными способами обработки давлением.

Следует отметить, что в ряде работ удавалось достичь одновременного многократного повышения прочности и пластичности сплава за счет больших пластических деформаций [23]. Это явление было названо «парадоксом прочности и пластичности ультрамелкозернистых материалов» [164]. Сохранение пластичности при сверхвысоком упрочнении достижимо за счет уже рассмотренных выше механизмов структурной аккомодации (релаксации напряжений) [22, 23]. Структурные механизмы деформации и структурной аккомодации ультрамелкозернистых (и особенно нанокристаллических) материалов обычно отличаются от таковых для структур, полученных холодной деформацией с относительно небольшими степенями [164-168]. В то же время для больших степеней пластической деформации, как и для малых степеней пластической деформации, до сих пор не выработан общий подход к созданию структур, обеспечивающих процессы аккомодации [23].

Для достижения высокой прочности и пластичности сплавов, обработанных методами больших пластических деформаций, также как и в случае малых степеней деформаций, необходимо учитывать различие структурных механизмов деформации и разрушения для металлов разных классов, в первую очередь с разным типом кристаллической решетки. Так в ультрамелкозернистых ГЦК-сплавах на основе алюминия или ОЦК-сплавах на основе железа наиболее часто снижение пластичности (особенно равномерной деформации) наблюдалось в средне- и высоколегированных сплавах, предварительно обработанных на твердый раствор [169-172]. Причиной снижения пластичности чаще всего является очень высокая накопленная плотность дислокаций после больших пластических деформаций во всем объеме образца и малая доля динамически рекристаллизованных зерен [23]. Это приводит к быстрой локализации пластической деформации практически в отсутствие деформационного упрочнения и разрушению образца при его растяжении. Более высокую пластичность после больших пластических деформаций получали в чистых

металлах или в низколегированных сплавах, но в этом случае не достигалась требуемая высокая прочность [23, 39, 40, 173]. В то же время во многих работах, посвященных обработке алюминиевых и других сплавов большими пластическими деформациями, вообще не приводятся данные о пластичности материала, т.к. авторы либо изучали только эффект упрочнения по результатам измерения микротвердости, либо ограничивались микроструктурными исследованиями [41-50, 174-178].

В данной работе исследование возможных структурных механизмов, позволяющих достичь многократного упрочнения при сохранении высокой пластичности, и способов их реализации при обработке сплавов методами больших пластических деформаций, проведено на алюминиевых, циркониевых сплавах и композиционных материалах. Выбор материалов обусловлен потребностями современной промышленности в высокопрочных материалах на основе легких металлов, биоинертных, коррозионностойких и электропроводящих сплавов.

3.2 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности в алюминиевых сплавах

Широко применяемые в настоящее время заэвтектические силумины (сплавы системы Al–Si) имеют ряд существенных недостатков, ограничивающих их применение, – хрупкость, необходимость модифицирования при выплавке, пониженная теплопроводность [179]. Разработанные в последние годы многокомпонентные эвтектические сплавы на основе систем алюминий-кальций (легкие, коррозионностойкие), алюминий-церий и алюминий-лантан (жаропрочные), алюминий-никель (высокопрочные и жаропрочные) являются многообещающими для практического применения [180-187]. Эти сплавы высокотехнологичны при литье, поскольку имеют узкие интервалы кристаллизации, а в отожженном состоянии легко деформируются, несмотря на большую долю (свыше 10 %

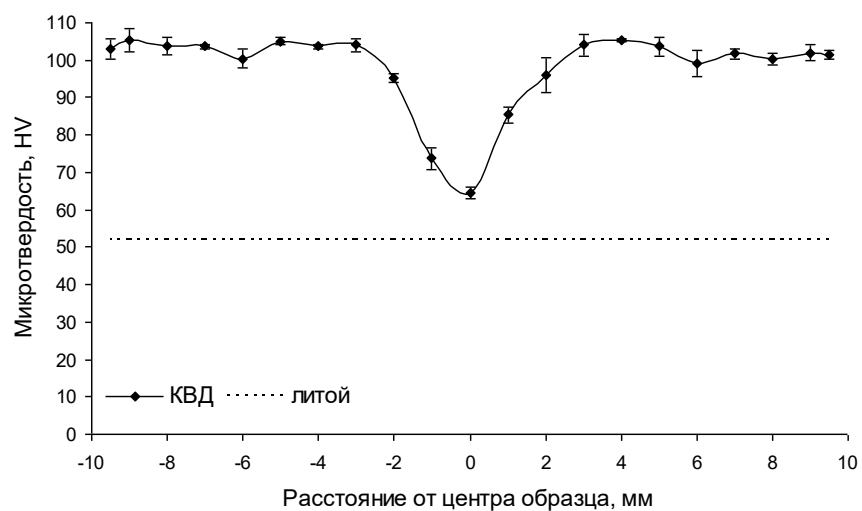
об.) интерметаллидных фаз в структуре. Такие сплавы принципиально отличаются от других эвтектических алюминиевых сплавов, например, Al–Si и Al–Cu, отсутствием растворимости в равновесном состоянии. В то же время все базовые (двухкомпонентные) эвтектические композиции (Al–Ca, Al–Ce, Al–La и Al–Ni) без добавления элементов-упрочнителей твердого раствора алюминия (Zn, Mg, Cu, Zr, Sc) имеют средний уровень прочности, не превышающий прочность Al–Si сплавов. Практический интерес представляло повышение прочностных свойств базовых эвтектических алюминиевых сплавов без дополнительного легирования (которое приводит к снижению технологических свойств и росту стоимости сплавов), что увеличивает возможности их использования в современной технике. Отсутствие растворимости в таких сплавах должно благоприятно сказаться на формировании в них при больших пластических деформациях динамически рекристаллизованной низкодефектной ультрамелкозернистой структуры.

В настоящей работе в качестве материалов для исследования использованы двухкомпонентные алюминиевые сплавы эвтектического состава: Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al–6 % Ni (масс. %) в исходно литом состоянии [188]. В качестве метода достижения наибольших степеней деформации и сверхвысокого упрочнения выбран метод КВД, представляющий кроме прочего и определенный практический интерес. Деформацию методом КВД осуществляли на образцах диаметром 20 мм и исходной толщиной 1,5 мм при комнатной температуре, давлении $P = 6$ ГПа и числе оборотов $N = 5$. КВД проводили в стесненных условиях на установке типа наковальни Бриджмена с профилированным отверстием в обоих бойках с суммарной глубиной около 0,8 мм, куда помещали деформируемый образец. После КВД толщина образцов составила около 1,1 мм [188, 189].

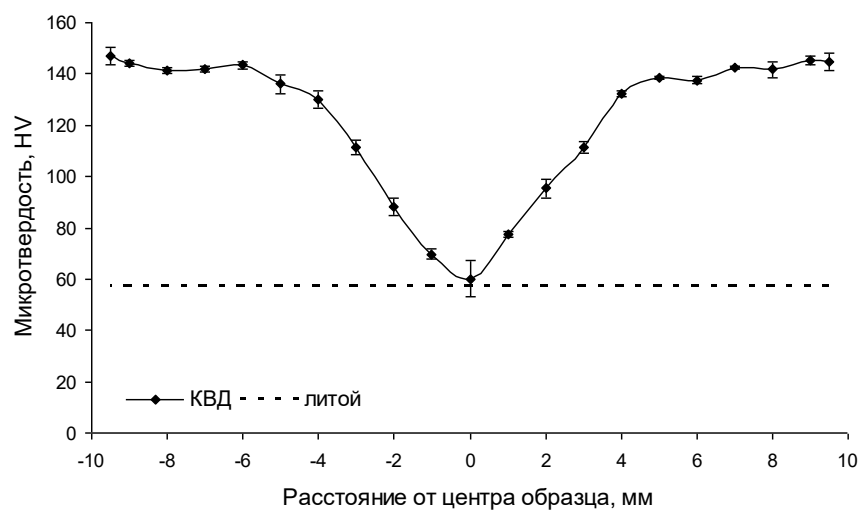
Для структурных исследований использовали световую микроскопию и СЭМ. Более детально микроструктура была исследована методом ТЭМ на оборудовании Tescan G2 F20 S-TWIN с термополевым катодом типа Шоттки.

Анализируемая область соответствовала середине радиуса КВД-образца. Однородность деформации после КВД проверяли путем измерения микротвердости по Виккерсу (нагрузка 0,5 Н, время выдержки 10 с) образцов вдоль диаметра. Испытание на растяжение проводили на миниатюрных образцах толщиной 1 мм, с размером рабочей части 5 мм × 1,4 мм, с помощью машины INSTRON 5966. Разрывные образцы вырезали электроискровым методом, так что их рабочая часть соответствовала середине радиуса дискообразного КВД-образца.

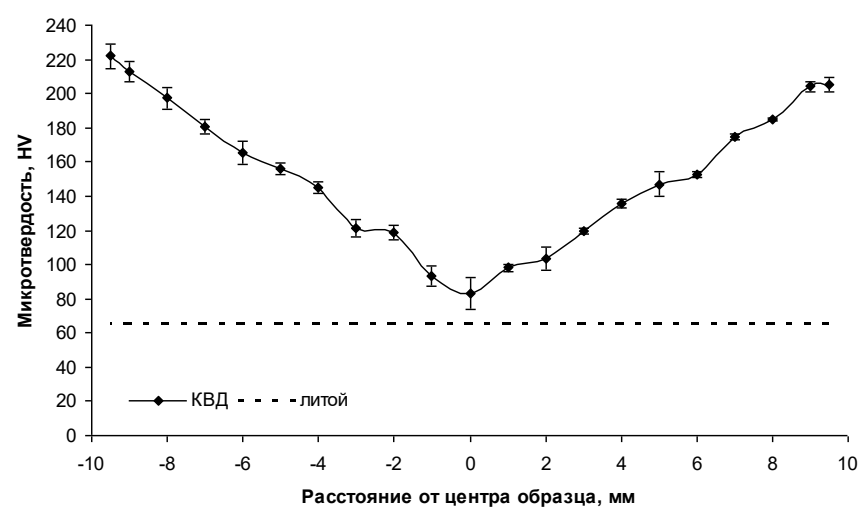
Установлено, что КВД всех трех сплавов приводит к существенному повышению значений микротвердости, значения которой распределены неоднородно вдоль радиуса образцов: минимальные значения микротвердости наблюдались в центре образцов, а максимальные – на их периферии (рисунок 16). Вид кривых распределения значений микротвердости по диаметру образцов различается между сплавами. Так, для сплава Al–10 % La провал микротвердости наблюдается только в центральной области образца диаметром 1,5 мм, а при большем удалении от центра к периферии значения микротвердости быстро достигают максимума и остаются на постоянном уровне. Для сплава Al–10 % Ce при удалении от центра к периферии значения микротвердости монотонно увеличиваются, достигают максимума на расстоянии 4 мм от центра и выходят на постоянный уровень. Для сплава Al–6 % Ni монотонное увеличение значений микротвердости от центра к периферии образца наблюдается на всем его радиусе (т.е. наблюдается градиент значений микротвердости). Таким образом, однородность распределения значений микротвердости в образце повышается в ряду сплавов: Al–6 % Ni, Al–10 % Ce и Al–10 % La.



а



б



в

Рисунок 16. Распределение микротвердости по диаметру образцов после КВД: (а) Al–10 % La; (б) Al–10 % Ce; (в) Al–6 % Ni [189]

Значения микротвердости после КВД в разных сплавах увеличиваются до максимальных значений следующим образом (в порядке увеличения): до 105–108 HV в сплаве Al–10 % La, до 145–150 HV в сплаве Al–10 % Ce и до 214–220 HV в сплаве Al–6 % Ni. Эффект упрочнения после КВД (отношение микротвердости после КВД к микротвердости сплава в литом состоянии) для сплавов составил (в порядке увеличения): Al–10 % La (в 1,8 раза), Al–10 % Ce (в 2,8 раза) и Al–6 % Ni (в 3,3 раза).

Однородность упрочнения образцов после КВД широко исследовалась ранее [190–193]. Ряд исследователей придерживается точки зрения, что процесс структурообразования при больших деформациях (в частности при КВД) является циклическим [142]. Увеличение числа оборотов может приводить как к достижению «насыщения» по твердости, так и наоборот, вызывать разупрочнение. В сплавах Al–10 % La и Al–10 % Ce насыщение наступает уже после 3–5 оборотов [194].

По данным ТЭМ структура всех сплавов в исходном литом состоянии состояла из алюминиевой основы (Al) и эвтектики, [(Al)¹ + Al₁₁La₃²], [(Al) + Al₁₁Ce₃] и [(Al) + Al₃Ni], соответственно, в сплавах Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al–6 % Ni (рисунок 17). Преобладающий размер эвтектических частиц (длина × толщина) в сплавах Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al–6 % Ni составил (3000–10000) нм × (40–120) нм, (1000–5000) нм × (70–130) нм и (1000–5000) нм × (150–300) нм соответственно. Таким образом, в сплаве Al–10 % La эвтектические частицы более вытянутые и более тонкие по сравнению со сплавами Al–10 % Ce и Al–6 % Ni. В сплавах Al–10 % La и Al–6 % Ni эвтектика распределена равномерно в объеме металла, а в сплаве Al–10 % Ce расположена по границам дендритов алюминия. Наиболее равномерное распределение эвтектических частиц наблюдалось в сплаве Al–6 % Ni (в то же время в структуре сплава Al–6 % Ni выявлены крупные частицы первичных кристаллов Al₃Ni).

¹ (Al) – твердый раствор на основе алюминия

² Al₁₁La₃, Al₁₁Ce₃, Al₃Ni – интерметаллидные фазы, входящие в состав эвтектик

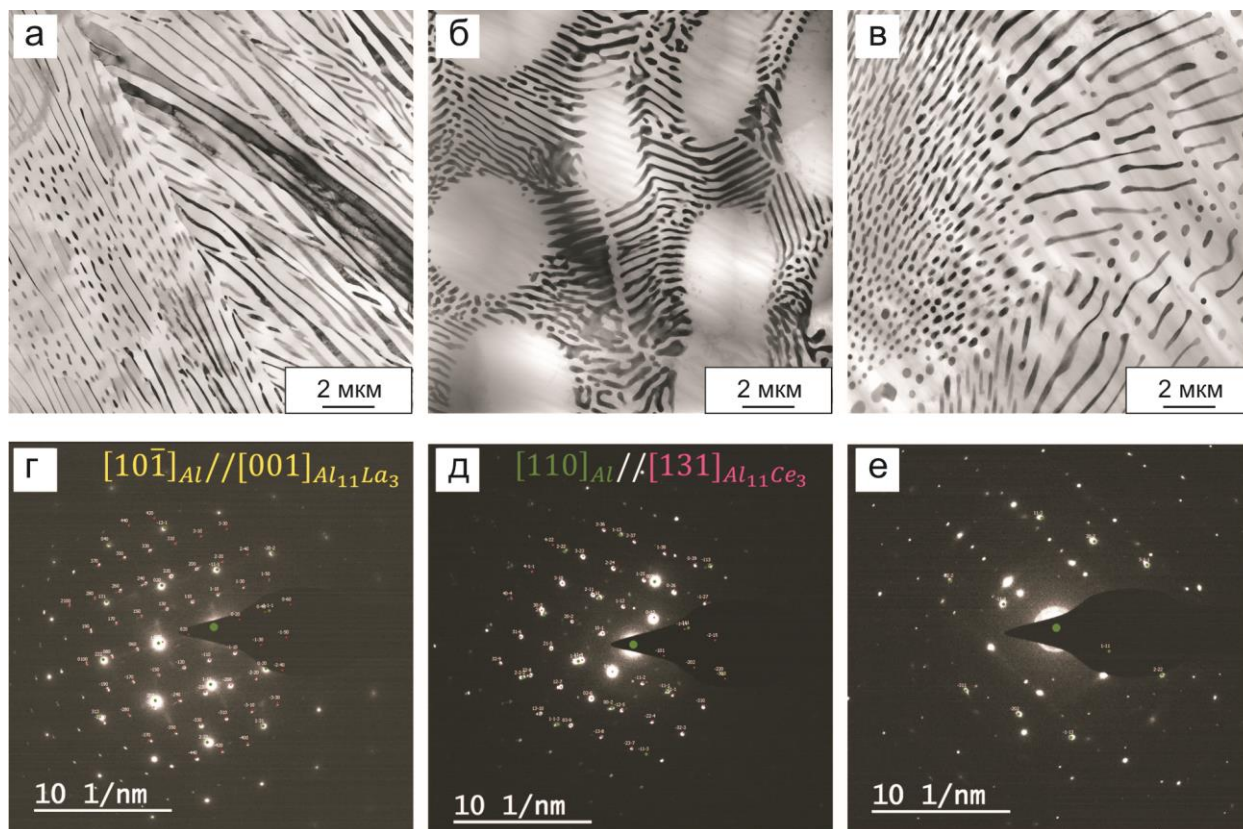


Рисунок 17. Микроструктура сплавов в литом состоянии: (а, г) – Al–10 % La; (б, д) – Al–10 % Ce; (в, е) – Al–6 % Ni (светлопольные изображения ТЭМ и соответствующие микродифракции) [189]

По данным ТЭМ структура всех образцов после КВД-деформации представлена алюминиевой основой и частицами интерметаллидной фазы, располагающимися как по границам зёрен, так и в их объёме. КВД привело к формированию нано- и субмикроструктурной структуры в сплавах Al–10 % La и Al–10 % Ce и субмикроструктурной структуры в сплаве Al–6 % Ni, а также к измельчению эвтектических частиц во всех сплавах (рисунок 18). Однако в структуре сплава Al–6% Ni после КВД сохраняются отдельные крупные фрагменты неизмельченных частиц эвтектики (указаны желтой стрелкой на рисунке 18 з). При больших увеличениях хорошо видны границы кристаллитов, при этом кристаллиты имеют преимущественно равноосную форму с наличием тройных стыков, а внутренняя область кристаллитов светлая без контраста, что свидетельствует об относительно малой плотности кристаллических дефектов в структуре сплавов после КВД.

Количественная оценка плотности дислокаций, выполненная по данным рентгеновского структурного анализа, приведена в таблице 3. Плотность дислокаций сопоставима во всех сплавах после КВД, однако, она наименьшая в сплаве Al–6% Ni и наибольшая в сплаве Al–10% Ce.

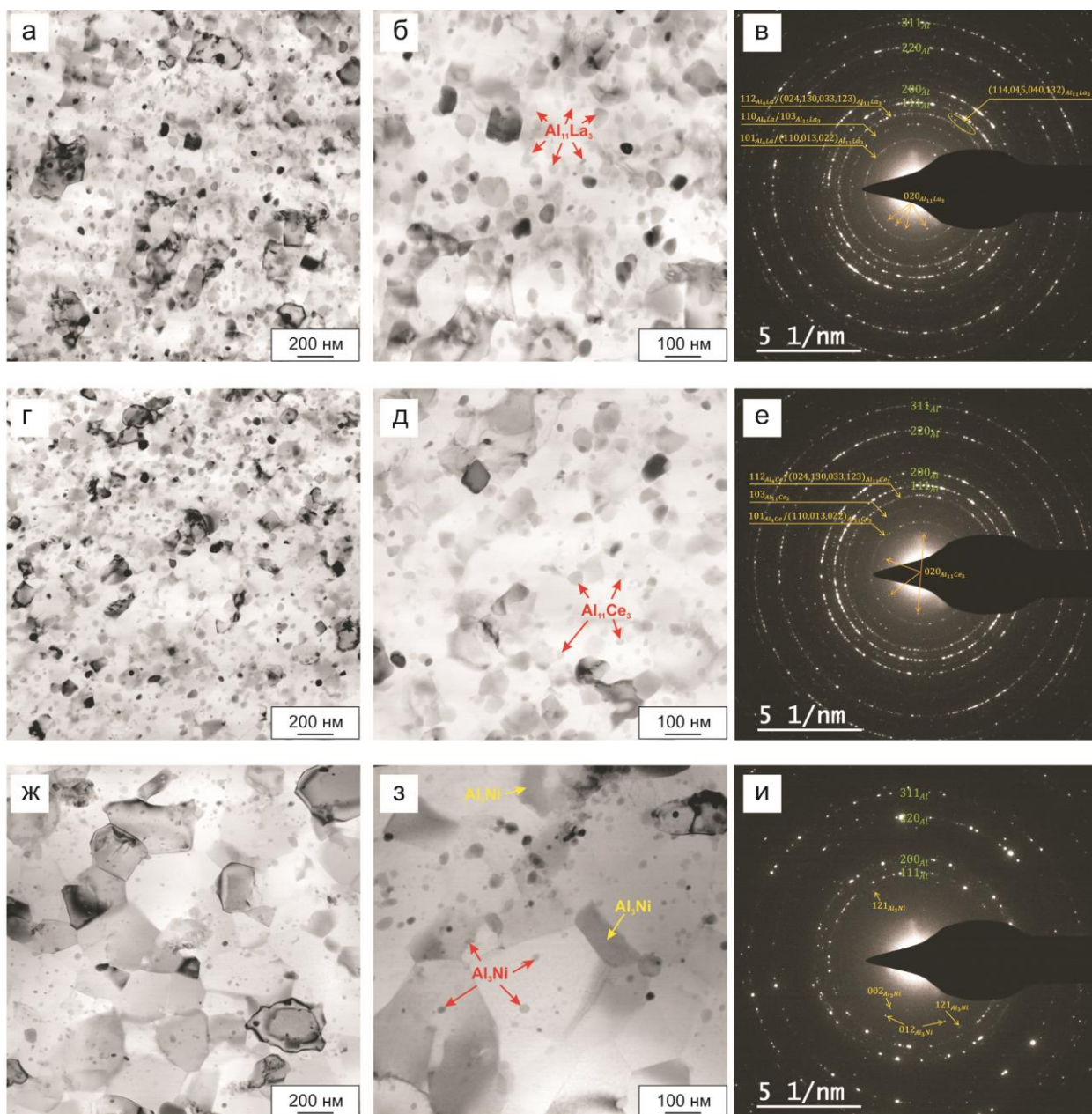


Рисунок 18. Микроструктура сплавов после КВД: (а, б, в) Al–10 % La; (г, д, е) Al–10 % Ce; (ж, з, и) Al–6 % Ni (светлопольные изображения ТЭМ и соответствующие микродифракции) [189]

О наличии в структуре всех образцов после КВД зеренно-субзеренной

структуры с разной разориентировкой кристаллитов свидетельствовали, во-первых, точечные рефлексы на кольцевых микродифракциях, соответствующие большеугловым разориентировкам, а также рефлексы, имеющих азимутальное размытие, соответствующие малоугловым разориентировкам; во-вторых, типичный контраст, наблюдаемый на серии темнопольных изображений.

Идентификацию частиц проводили методом микрорентгеноспектрального анализа (МРСА). Об отсутствии растворимости в алюминиевом твердом растворе судили по результатам МРСА, а также по отсутствию изменения (в пределах ошибки измерения) межплоскостного расстояния по данным рентгеновской дифрактометрии (таблица 3).

Таблица 3. Результаты рентгеновских исследований эвтектических алюминиевых сплавов [189]

Сплав	Обработка	2θ , °	Параметр решетки, Å	Уширение, °	Плотность дислокаций, см ⁻²
Al–10% La	Литой	116,672	4,050	0,294	-
	КВД ($N = 5$)	116,745	4,049	0,491	$1,3 \times 10^7$
Al–10% Ce	Литой	116,702	4,050	0,250	-
	КВД ($N = 5$)	116,744	4,049	0,525	$1,9 \times 10^7$
Al–6% Ni	Литой	116,669	4,050	0,231	-
	КВД ($N = 5$)	116,724	4,049	0,504	$0,6 \times 10^7$

Преобладающий размер кристаллитов в сплавах Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al 6 % Ni составил 90–150 нм, 60–130 нм и 170–400 нм соответственно. Таким образом, в сплавах Al–10 % La и Al–10 % Ce размер кристаллитов сопоставим, а в сплаве Al–6 % Ni размер кристаллитов больше в 2–2,8 раз. Преобладающий размер эвтектических частиц в сплавах Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al–6 % Ni составил 10–50 нм, 10–40 нм и 7–25 нм соответственно.

Сопоставимый размер упрочняющих частиц может наблюдаться в сплавах, например 7xxx серии, обработанных по режиму T7 (закалка + незначительное перестаривание) [195]. В процессе КВД деформируемый сплав может переходить в фазовое состояние, соответствующее его равновесному фазовому состоянию после длительного отжига при определенной температуре [196-201], что объясняет полученные в настоящей работе результаты.

Кривые «напряжение-деформация» при растяжении образцов алюминиевых сплавов до и после КВД приведены на рисунке 19, а значения механических свойств – в таблице 4. В результате КВД многократно увеличивается прочность (пределы текучести и прочности) всех сплавов при сохранении или небольшом снижении пластичности (величины относительного удлинения). Так, для сплава Al–10 % La предел текучести увеличился с 113 до 347 МПа (в 3 раза), а предел прочности – с 173 до 358 МПа (в 2 раза). Для сплава Al–10 % Ce предел текучести увеличился с 75 до 456 МПа (в 6 раз), а предел прочности – с 135 до 495 МПа (в 3,7 раз). Наибольшие абсолютные значения прочностных свойств наблюдаются для сплава Al–6 % Ni: предел текучести увеличился с 95 до 554 МПа (в 5,8 раз), а предел прочности – с 152 до 638 МПа (в 4,2 раза). При этом значения относительного удлинения после КВД составило 22–20 %, 17–18 % и 5–6 % для сплавов Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al–6 % Ni, соответственно.

В результате КВД изменяется внешний вид кривых «напряжение-деформация» для сплавов Al–10 % La и Al–10 % Ce, а именно существенно уменьшается величина равномерной деформации и увеличивается величина локализованной деформации, в то время как для сплава Al–6 % Ni характер кривых «напряжение-деформация» до и после КВД в основном сохраняется. Важно отметить, что для сплава Al–6 % Ni после КВД сохраняется и величина равномерной деформации (около 4 %), в то время как для остальных сплавов величина равномерной деформации уменьшается после КВД; тем не менее, высокий уровень прочности сплавов Al–10 % La и Al–

10 % Се сохраняется до ~10 % деформации.

Таблица 4. Механические свойства эвтектических алюминиевых сплавов до и после КВД [189]

Сплав	Микротвердость, HV		$\sigma_{0,2}$, МПа		σ_B , МПа		δ , %	
	до КВД	после КВД (на середине радиуса образца)	до КВД	после КВД	до КВД	после КВД	до КВД	после КВД
Al–10 % La	52±2	102±3	113±2	347±3	173±3	358±3	22±1	20±1
Al–10 % Ce	59±5	142±3	75±2	456±3	135±3	495±3	17±1	18±1
Al–6 % Ni	65±4	152±3	95±2	554±4	152±3	638±4	8±1	5±1

Таким образом, управление пластичностью высокопрочных ультрамелкозернистых сплавов за счет структурной аккомодации возможно не только на участке равномерной деформации (до образования шейки), но и на участке локализованной пластической деформации, в результате такой сплав будет деформироваться квазиустойчиво до относительно высокой величины относительного удлинения (что сопровождается увеличением на кривой «напряжение-деформация» угла наклона участка локализованной деформации к оси напряжений).

Наблюдаемое повышение прочности при сохранении высокой пластичности эвтектических алюминиевых сплавов связано как с формированием в них нано- и субмикрокристаллической структуры и измельчением эвтектических частиц, так и с механизмом структурообразования при КВД.

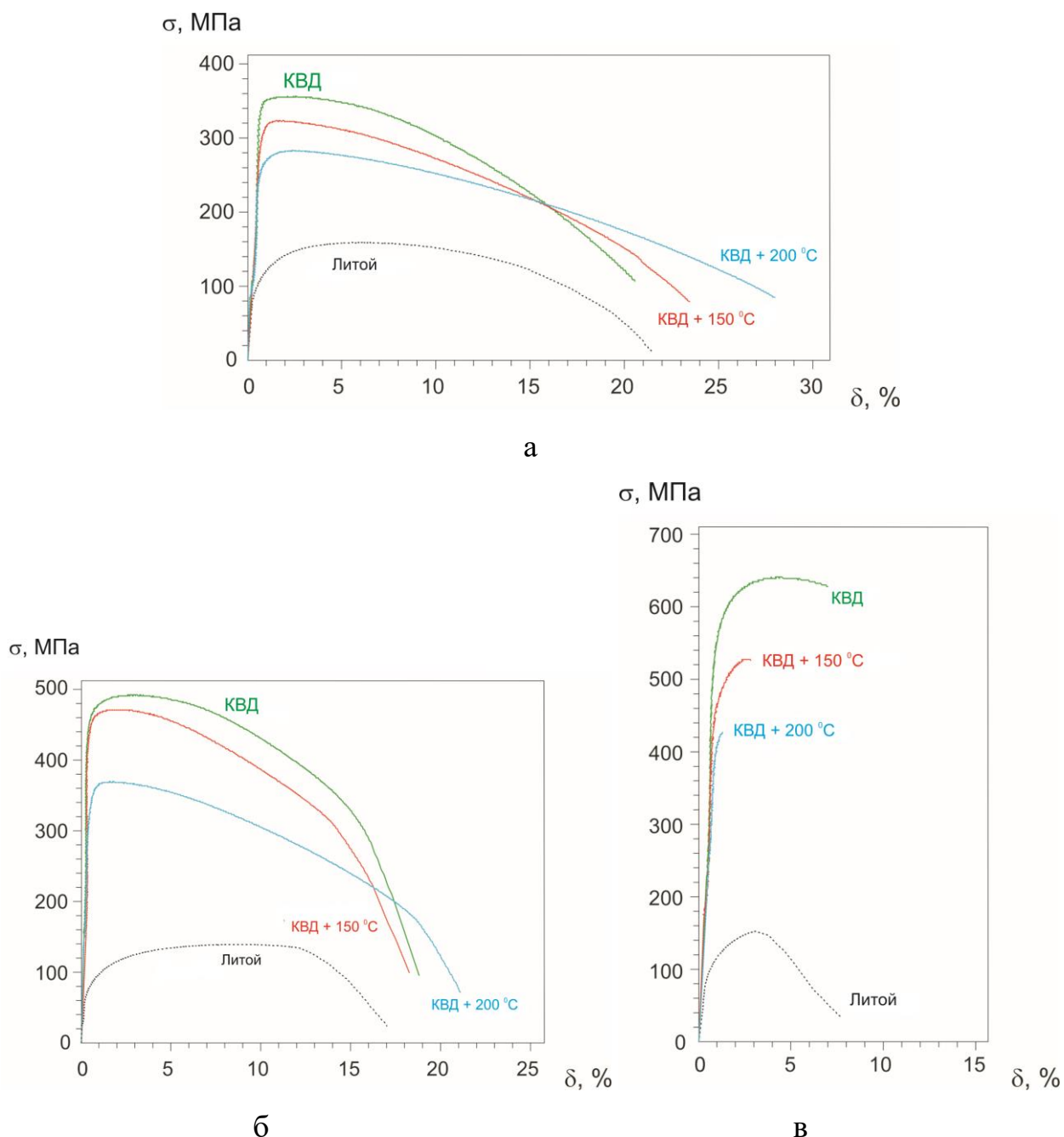


Рисунок 19 Кривые «напряжение-деформация» при растяжении образцов алюминиевых сплавов до и после КВД: (а) Al–10 % La; (б) Al–10 % La; (в) Al–6 % Ni [189]

На ТЭМ-изображениях структуры всех сплавов после КВД наблюдается преимущественно равноосная форма кристаллитов с наличием тройных стыков и специфический контраст светлопольных изображений, свидетельствующий о невысокой плотности кристаллических дефектов в структуре сплавов. Невысокая плотность кристаллических дефектов в

структуре сплавов подтверждена также данными рентгеновского структурного анализа (таблица 3). Количественную оценку прироста предела текучести (σ_d) в образцах от увеличения плотности дислокаций проводили по методике [202]; полученные результаты приведены в таблице 5.

Таблица 5. Оценочный вклад разных механизмов упрочнения в повышение предела текучести эвтектических алюминиевых сплавов при КВД [189]

Сплав	σ_0 , МПа	$\sigma_{Х-П}$, МПа	σ_{Op} , МПа	σ_d , МПа	$\sigma_{0,2}^{теор}$, МПа	$\sigma_{0,2}^{экс}$, МПа
Al–10 % La	10	119	72	85	286	347
Al–10 % Ce	10	138	74	103	325	456
Al–6 % Ni	10	86	131	60	287	554

В структуре сплавов присутствуют разноориентированные зерна и субзерна. Эти признаки указывают на то, что в сплавах при КВД, по-видимому, реализуется смешанный механизм структурообразования – динамическая рекристаллизация и фрагментация, с преобладанием первого механизма. Возможность прохождения процесса динамической рекристаллизации при низких температурах в процессе больших пластических деформациях широко изучалась [9]. Так в сплавах формируется структура с ультрамелким зерном с относительно низкой плотностью дислокаций внутри зерна. В этом случае для оценки упрочнения можно воспользоваться соотношением Холла-Петча, согласно которому увеличение предела текучести обратно пропорционально размеру кристаллита: $\sigma_{0,2} \sim 1/d^2$, где d – размер кристаллита.

Таким образом, одним из факторов повышения твердости и прочности сплавов является измельчение зеренной структуры до нано- и субмикронного размера по механизму динамической рекристаллизации. Количественную оценку прироста предела текучести в образцах с использованием соотношения Холла-Петча ($\sigma_{Х-П}$) проводили по методике [202]; полученные

результаты приведены в таблице 5. Следует учесть, что распределение размером кристаллитов в структуре сплавов не описывается нормальным распределением, поэтому среднее арифметическое значение размера кристаллита не может адекватно характеризовать структуру сплава, что приводит к неточной оценке упрочнения Холла-Петча.

Невысокая плотность дислокаций внутри кристаллитов увеличивает длину свободного пробега дислокаций, что в свою очередь увеличивает суммарную величину пластической деформации, т.е. обеспечивает высокое значение относительного удлинения. С другой стороны пластичность сплавов повышается за счет измельчения в их литой структуре крупных эвтектических частиц и равномерного распределения частиц в объеме образца, т.е. за счет повышения однородности структуры.

Таким образом, вторым фактором повышения прочности сплавов является наличие в их структуре наноразмерных частиц измельченной эвтектики, обладающих высокой твердостью и обеспечивающих дисперсионное упрочнение. Количественную оценку прироста предела текучести в образцах проводили в соответствии с моделью Орована (σ_{Op}) по методике [202]; полученные результаты приведены в таблице 5.

В сложных системах, к которым, безусловно, можно отнести сильно деформированные эвтектические алюминиевые сплавы, все упрочняющие механизмы будут реализоваться одновременно и взаимодействовать между собой, что не позволит рассчитать их вклад в упрочнение с высокой точностью. Кроме того, как будет показано ниже, природа эвтектических частиц оказывает определяющее влияние на процессы деформации. Значительная разница между теоретическим и экспериментальным пределом текучести для всех сплавов подтверждает сложную природу упрочнения в сильно деформированных эвтектических алюминиевых сплавах.

Учитывая отсутствие растворимости церия, лантана и никеля в алюминии, как в литом состоянии, так и при КВД, все три сплава являются двухфазными, состоящими из чистого алюминия (основа сплава) и

эвтектики: $[(Al) + Al_{11}La_3]$, $[(Al) + Al_{11}Ce_3]$ и $[(Al) + Al_3Ni]$, соответственно, в сплавах Al–10 % La, Al–10 % Ce и Al–6 % Ni [180, 181, 183]. Поскольку объемная доля эвтектики близка во всех сплавах – 9–11 %, то сплавы различаются только свойствами эвтектики. Твердость частиц увеличивается в следующем ряду: $Al_{11}Ce_3$, $Al_{11}La_3$ и Al_3Ni – 350, 400 и 700–770 HV, соответственно [184–186]. При этом процесс измельчения частиц происходит одновременно с формированием структуры в ходе деформации и оказывает определяющее влияние на механизм формирования структуры в сплавах в процессе КВД.

Важно отметить, что, несмотря на схожий тип структуры (качественный и количественный) сплавов Al–10 % Ce и Al–10 % La и близкую твердость их эвтектических частиц, сплав Al–10 % Ce после КВД обладает заметно более высокой прочностью, но меньшей пластичностью при растяжении, чем сплав Al–10 % La. Можно предположить, что влияние частиц $Al_{11}La_3$ на механическое поведение сплава при деформации отлично от влияния частиц $Al_{11}Ce_3$ в сплаве Al–10 % Ce. В этом случае следует учесть, во-первых, их разное расположение и морфологию в литой структуре, во-вторых, разное ориентационное соотношение между решеткой алюминиевой матрицы и решеткой частицы. Известно, что при определенном ориентационном соотношении одна и та же дислокация может скользить в обеих фазах одновременно, т.е. частица будет перерезаться дислокацией [1]. Согласно данным ТЭМ-анализа, в сплаве Al–10 % Ce литого состояния имеет место ориентационное соотношение фаз $[110] Al \parallel [131] Al_{11}Ce_3$, которое менее благоприятно для совместного скольжения, чем ориентационное соотношение фаз $[10\bar{1}] Al \parallel [001] Al_{11}La_3$ в сплаве Al–10 % La. Это затрудняет деформацию в сплаве Al–10 % Ce, что способствует его большей прочности, но меньшей пластичности, чем в сплаве Al–10 % La. Напротив, сплав Al–6 % Ni содержит наиболее твердые частицы Al_3Ni . При этом их преобладающий размер после КВД наименьший по сравнению со сплавами Al–10 % La и Al–10 % Ce. Тогда эти частицы в сплаве Al–6 % Ni будут

выполнять двоякую роль: с одной стороны, обеспечивать эффективное дисперсионное упрочнение, с другой стороны уменьшать пластичность за счет уменьшения пути пробега дислокаций.

Таким образом, несмотря на больший в 2–3 раза размер кристаллитов в сплаве Al–6 % Ni по сравнению со сплавами Al–10 % Ce и Al–10 % La после КВД, сплав Al–6 % Ni обладает наивысшей прочностью, но меньшей пластичностью, из-за наличия большого количества упрочняющих наноразмерных частиц.

Достигнутый в результате КВД-деформации уровень прочности в сплавах Al–10 % La и Al–10 % Ce существенно превосходит уровень прочности чистого алюминия, низколегированных алюминиевых сплавов и сплавов Al–Mg, подвергнутых КВД [47, 171], но уступает прочности сплавам, легированных на твердый раствор, например системы Al–Cu–Mg–Mn [170]. Уровень прочности (720 МПа) сплава Al–6 % Cu–0,7 % Mg–0,3 Mn после КВД можно сопоставить со сплавом Al–6 % Ni. В то же время, в отличие от сплава Al–6 % Ni, имеющего умеренно высокий запас пластичности, сплав Al–6 % Cu–0,7 % Mg–0,3 Mn после КВД имеет нулевую пластичность из-за очень высокой плотности дислокаций в структуре [170].

Аналогичное многократное упрочнение при сохранении высокой пластичности было получено и на эвтектических сплавах более сложного состава. Так в работах [202, 203] методом КВД обрабатывали сложный эвтектический сплав Al–5,4 % Ce–3,1 % La (т.е. церий частично заменен лантаном). В результате КВД было достигнуто 6-кратное повышение прочности при 2-кратном уменьшении пластичности. Полученные значения предела текучести и относительного удлинения составили 475 МПа и 18 % соответственно. Такие свойства сопоставимы со сплавом Al–10 % Ce, но сильно уступают (в отношении прочности) сплаву Al–6 % Ni. Следует отметить, что авторы работ [202, 203] использовали существенно большее число оборотов КВД ($N = 20$), а также не обсуждали роль аккомодационных механизмов в сохранении пластичности.

Таким образом, в алюминиевых сплавах для создания структурного состояния, обеспечивающего процессы структурной аккомодации при деформировании (что приводит к одновременному многократному повышению прочности с сохранением высокой пластичности), необходимо использовать эвтектические сплавы типа естественных композитов с ограниченной растворимостью в матрице эвтектикообразующего элемента. В двухфазных алюминиевых сплавах эвтектического состава Al–10 % Ce, Al–10 % La и Al–6 % Ni, обработанных кручением под высоким давлением на 5 оборотов, формирование нано- и субмикроструктурной структуры с низкой плотностью внутрикристаллических дефектов по механизму динамической рекристаллизации обеспечивают эффективное зернограничное упрочнение и возможность релаксации напряжений, а измельчение эвтектических частиц ($\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$, $\text{Al}_{11}\text{La}_3$ и Al_3Ni , соответственно) до наноуровня обеспечивает дополнительное упрочнение по механизму Орована. Такие структурные изменения обеспечивают одновременное многократное (в 4–6 раз) повышение прочности при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение 5–20 %). Определяющее влияние на структурообразование и механическое поведение таких упрочненных сплавов оказывает тип эвтектических частиц и их кристаллографическое соотношение с матрицей. Это позволяет выбирать системы легирования и создавать наиболее предпочтительные эвтектические структуры в алюминиевых и других сплавах (в т.ч. с другой кристаллической решеткой), способные к упрочнению при сохранении пластичности после больших пластических деформаций [23].

В тоже время в сплаве эвтектического состава Al–8 % Ca обработка кручением под высоким давлением вызывает сильное охрупчивание из-за очень высокой объемной доли эвтектических частиц в структуре, которая в 2 раза больше, чем в сплавах эвтектического состава систем Al–Ce и Al–La [204, 205]. Можно ожидать улучшения свойств в подобных сплавах, добившись распада частиц, например, путем их трансформации в

нанокластеры. Так, в бинарном Al–Ca сплаве наблюдали сегрегирование кальция из эвтектики в процессе КВД [206]. Однако для этого число оборотов было увеличено до $N = 100$, что, по-видимому, способствовало ухудшению аккомодационной способности сплава из-за возникающих напряжений и сильной неравновесности сформированной структуры.

Ускорить процесс трансформации частиц в нанокластеры можно за счет легирования. Исследовали литой доэвтектический алюминиевый сплав Al–4 % Ca, легированный 0,8 % Mn и 0,5 % Fe, с микродобавками 0,1 % Sc и 0,1 % Zr (масс. %) [204]. Деформацию методом КВД осуществляли на установке типа наковальни Бриджмена со стесненной геометрией штампа на образцах диаметром 20 мм и исходной толщиной 1,4 мм при комнатной температуре, давлении $P = 4$ ГПа и числе оборотов $N = 3$. Конечная толщина образцов составила около 1,1 мм. Использовали те же методы исследований и испытаний, что и в работе [197].

По данным световой микроскопии структура литого сплава состояла в основном из дендритов твердого раствора алюминия (Al) с поперечным размером ветвей около 20 мкм и эвтектики на основе [(Al) + Al₄Ca] (рисунок 20). Размер эвтектических частиц Al₄Ca изменялся от 0,5 до 3 мкм.

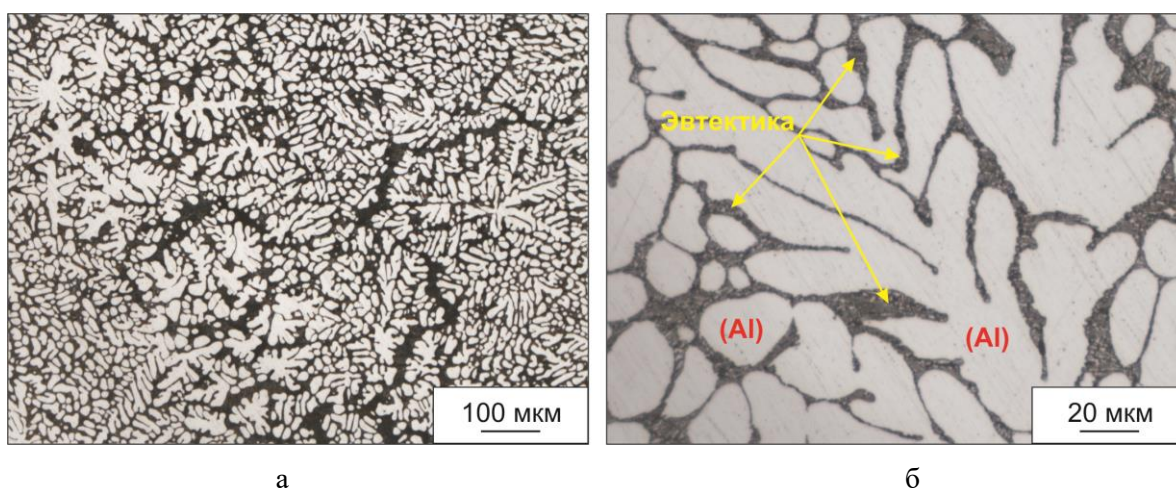


Рисунок 20. ОМ-микроструктура сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe литого состояния при увеличении (а) 100× и (б) 500× [204]

В результате КВД сплав существенно упрочнился – значения микротвердости повысились с 61,3–79,7 HV до 80–250 HV (до 3,5 раз). Минимальное значение микротвердости после КВД соответствовало центру дискообразного КВД-образца, максимальное – его периферии.

Кривые «напряжение-деформация» образцов до и после КВД приведены на рисунке 21. КВД привело к увеличению, как прочностных характеристик, так и пластических: условного предела текучести с 40–98 МПа до 474–499 МПа (в среднем в 5 раз), предела прочности с 99–161 МПа до 598–674 МПа (в среднем в 4 раза), относительного удлинения с 3–8 % до 8–10 % (в среднем в 1,5 раза, при незначительном уменьшении равномерной деформации). Низкая пластичность литого сплава связана, по-видимому, с его сильно неоднородной структурой и наличием внутренних дефектов типа пор.

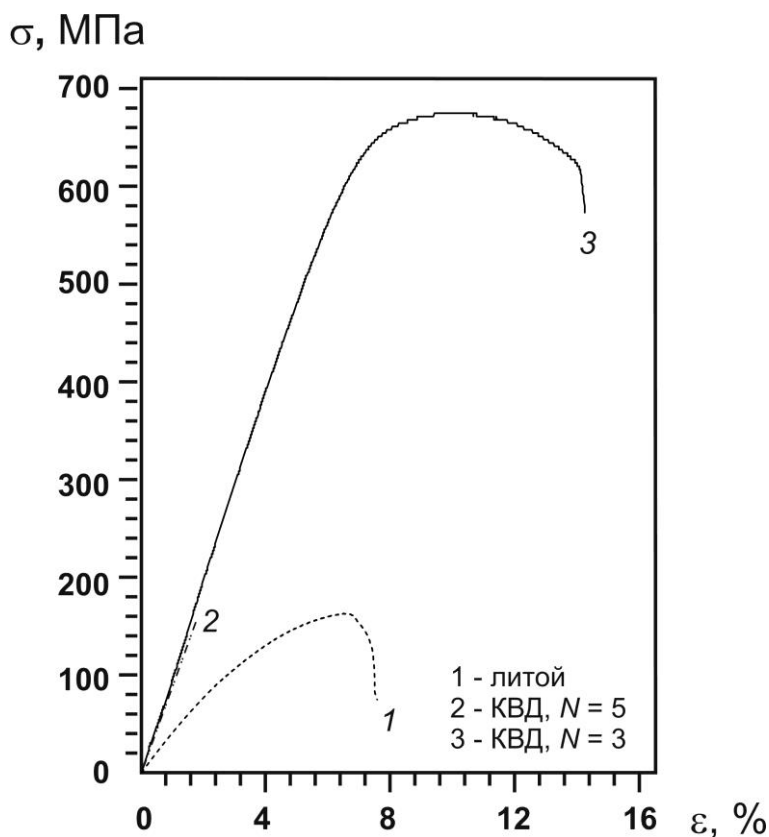


Рисунок 21. (а) Кривые «напряжение-деформация» сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe до и после КВД [204]

Видна схожесть кривых «напряжение-деформация» сплавов Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe и Al–6 % Ni после КВД. А именно, после относительно протяженного участка равномерной пластической деформации следует еще более протяженный участок локализованной деформации с большим углом наклона участка локализованной деформации к оси напряжений. Таким образом, окончательное разрушение сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe, упрочненного КВД, происходит после длительной деформации (около 10 %) при напряжении выше 90 % от предела прочности.

Согласно данным ТЭМ, КВД за 3 оборота привело к формированию ультрамелкозернистой бимодальной структуры с размером кристаллитов 25–140 нм, причем в структуре преобладали кристаллиты размером 30–70 нм (рисунок 22). Кроме этого в структуре наблюдали немногочисленные эвтектические частицы Al_4Ca размером 10–20 нм. Почти полное отсутствие фазы Al_4Ca на ТЭМ-изображениях, а также рефлексов фазы Al_4Ca на картине микродифракции может свидетельствовать не только об измельчении эвтектических частиц в процессе КВД, но и о трансформации эвтектических частиц в сегрегации кальция (в нанокластеры). По-видимому, неравномерный в объеме образца процесс распада эвтектических частиц и приводит к появлению бимодальной структуры. По результатам синхротронных исследований отмечено увеличение параметра решетки алюминия в таком же сплаве после КВД по сравнению с литым состоянием, что может свидетельствовать о частичном растворении частиц и образовании пересыщенного кальцием твердого раствора (Al) [205].

Светлая внутренняя область кристаллитов в структуре сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe после КВД на ТЭМ-изображениях свидетельствует о низкой плотности дефектов, т.е. дислокации, по-видимому, находятся в основном на границах нанокристаллитов. Границы многих кристаллитов искажены, что свидетельствует о повышенном уровне внутренних напряжений. Такие границы являются непреодолимым препятствием движению дислокаций, обеспечивая тем самым эффективное упрочнение в

соответствии с соотношением Холла-Петча. В то же время, в такой структуре из-за наличия множества кристаллитов свободных от дефектов, возможны процессы релаксации напряжений с передачей пластического течения бездефектным кристаллитам, а также скольжения по границам. Наличие бимодальной структуры также способствует повышению пластичности. В результате критический уровень напряжений достигается при значительной величине деформации, а сплав приобретает резерв пластичности при больших степенях деформации. Это обеспечивает высокую прочность материала одновременно с высоким значением относительного удлинения.

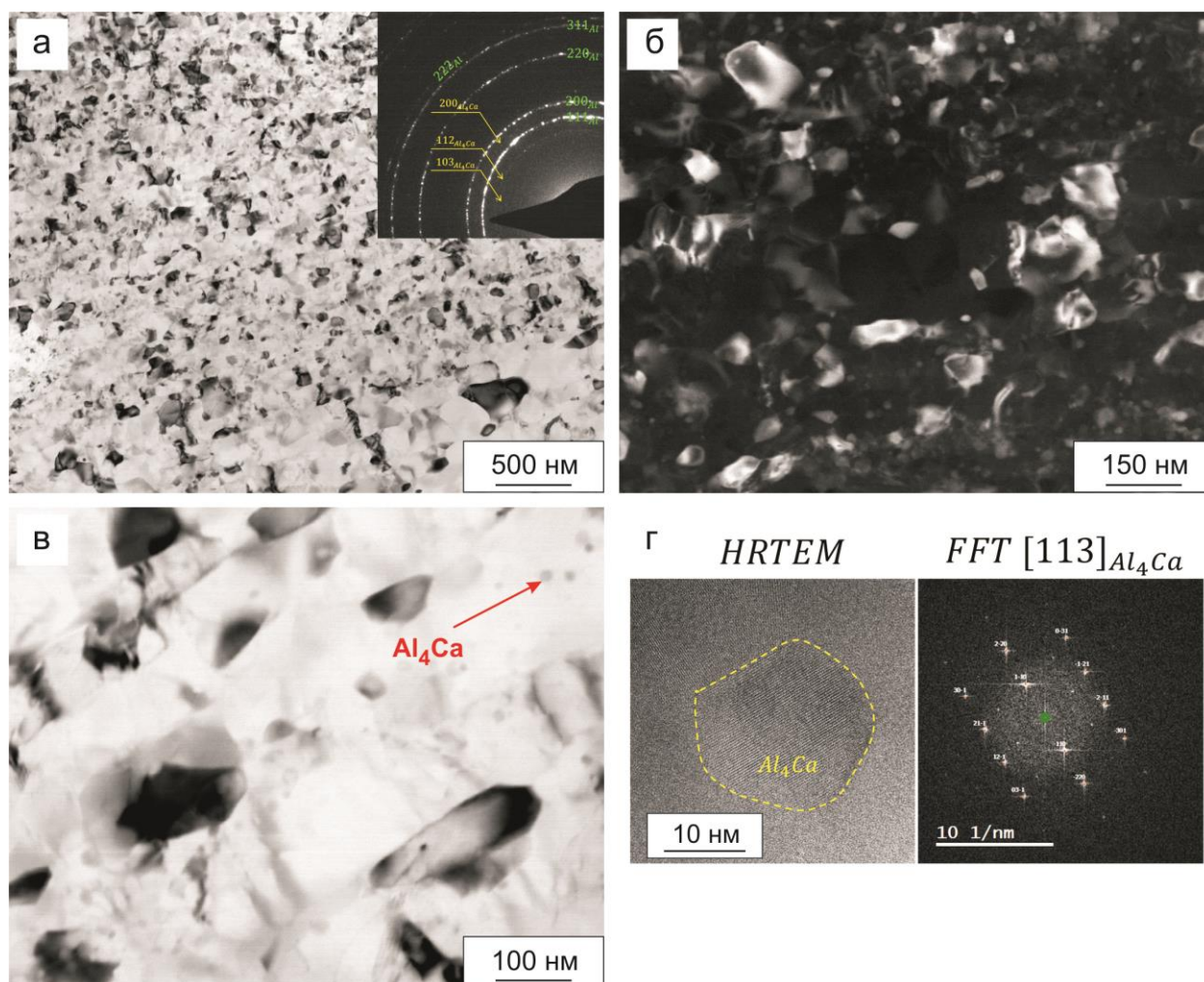


Рисунок 22. ТЭМ-микроструктура сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe после КВД за 3 оборота: (а, в) светлопольные изображения, (б) темнопольное изображение в рефлексах (Al), (г) частица Al_4Ca в высоком разрешении и соответствующая микродифракция [204]

Увеличение числа оборотов КВД до $N = 5$ обеспечивает такое же упрочнение (по микротвердости), но вызывает охрупчивание материала, и при растяжении образцы сплава разрушаются хрупко еще в упругой области, при напряжениях сопоставимых с пределом прочности литого сплава. Охрупчивание сплава связано с двумя обстоятельствами. Во-первых, в образцах образовывались многочисленные микро- и макротрещины (длиной до 5 мм) еще в процессе КВД; во-вторых, в образце после КВД с $N = 5$ оборотами границы кристаллитов были сильно искажены, а их внутренняя область имела более темный контраст, что указывало на очень высокий уровень внутренних напряжений из-за повышения плотности дислокаций [207]. При нагружении такого материала быстро достигалось критическое напряжение, вызывающее образование множества микротрещин и дальнейшее хрупкое разрушение сплава.

Таким образом, предложенный в работе подход к обработке сплавов методами больших пластических деформаций отличается от наиболее распространенного, направленного на увеличение степени деформации (числа оборотов КВД или числа проходов РКУП) для улучшения микроструктуры и механических свойств. В настоящей работе показано, что сверхвысокое упрочнение и сохранение пластичности в алюминиевых сплавах достигаются при умеренной деформации (3 оборота КВД).

Увеличение содержания железа в сплаве до 1,3 % обеспечивает после КВД максимальный уровень прочности сплава – 750–800 МПа (за счет большего измельчения зерна), а свободное от дефектов тело кристаллитов и несовместимость деформации из-за бимодальной структуры обеспечивают запас пластичности (относительное удлинение 5–6 %).

Таким образом, дополнительное легирование сплава системы Al–Ca железом и марганцем в количестве около 1 % каждого при одновременном снижении содержания кальция до 3–4 % и уменьшении числа оборотов кручения под высоким давлением при 3 оборотах приводит к последовательному измельчению эвтектических частиц Al_4Ca / $Al_{10}CaFe_2$ до

наноуровня с последующей трансформацией большинства из них в сегрегации кальция и обогащению кальцием твердого раствора (Al). Процесс трансформации частиц оказывает большой эффект на измельчение микроструктуры (по сравнению с просто измельчением), в результате чего формируется бимодальная нанокристаллическая структура твердого раствора алюминия.

На рисунке 23 обобщены данные по механическим свойствам эвтектических алюминиевых сплавов, обработанных КВД [189, 204].

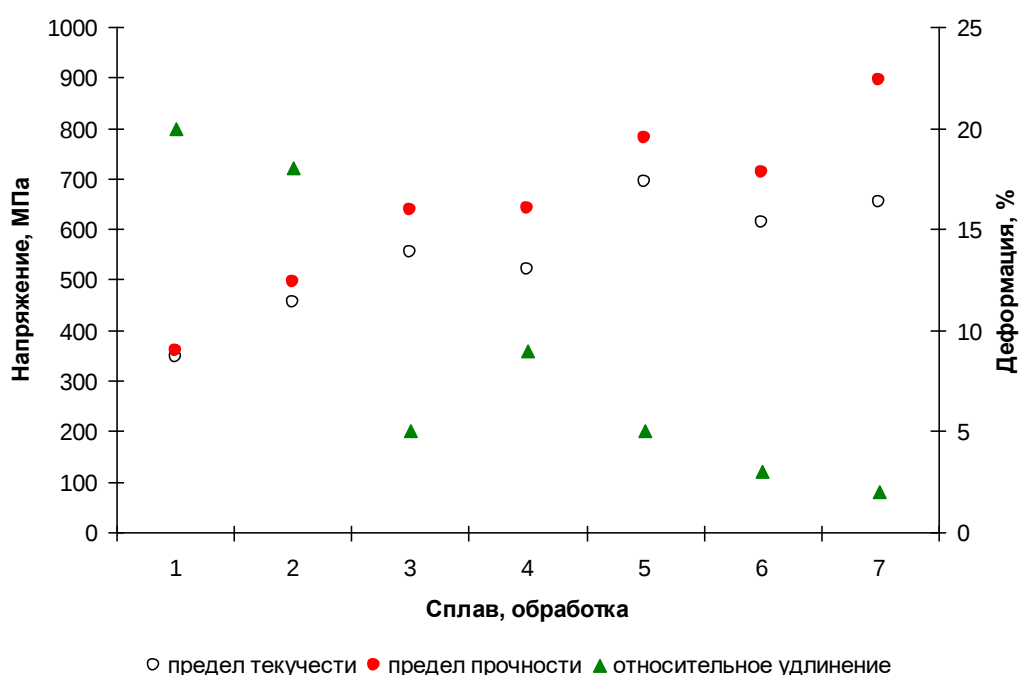


Рисунок 23. Механические свойства эвтектических алюминиевых сплавов после больших пластических деформаций: 1 – Al–10 % La, КВД; 2 – Al–10 % Ce, КВД; 3 – Al–6 % Ni, КВД; 4 – Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe, КВД; 5 – Al–4 % Ca–0,8 % Mn–1,3 % Fe, КВД; 6 – Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe, КВД + отжиг при 200 °С; 7 – Al–4 % Ca–0,8 % Mn–1,3 % Fe, КВД + отжиг при 200 °С

Полученные результаты позволили определить условия достижения баланса высокой прочности и пластичности в сплавах: формирование в

исходной структуре чистого или слаболегированного металла вторых фаз, склонных к измельчению или превращению в сегрегации (нанокластеры) при деформационной обработке.

В сплаве Al–Ca–Mn–Fe повышение прочности с сохранением или увеличением пластичности возможно и за счет применения других методов больших пластических деформаций, например РКУП [208]. Однако в этом случае эффект упрочнения проявляется слабее, а сам процесс деформационной обработки необходимо проводить при повышенных температурах (около 400 °С). Меньший уровень прочности (около 270 МПа) связан с тем, что структурные изменения при равноканальном угловом прессовании в этом сплаве при выбранном режиме ограничиваются перестройкой дислокационной структуры и в лучшем случае формированием малоугловых границ, вместо формирования ультрамелкозернистой структуры при КВД. В то же время высокая пластичность сплава (около 10 %) сохраняется и после РКУП. С понижением температуры РКУП до 200 °С можно достичь большего эффекта упрочнения – до 310 МПа (что ниже, чем после КВД) благодаря формированию более развитой ультрамелкозернистой структуры [209]. Однако из-за макронеоднородности сплава, скоплений дислокаций, больших областей сегрегаций кальция и образования, таким образом, концентраторов напряжений (рисунок 24), сильно ухудшается аккомодационная способность и снижается пластичность (относительное удлинение не более 3 %).

Легирование магнием сплава Al–Ca–Mn–Fe изменяет механизм структурообразования при теплом РКУП. В качестве материала для исследования использовали литой сплав Al–5 % Mg–1 % Ca–0,9 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Zr [210]. РКУП проводили на образцах сплава в отожженном состоянии по режиму: температура нагрева заготовок 400 °С, маршрут В_С, угол пересечения каналов 110° и число проходов $N = 8$. В результате РКУП в сплаве формируется субструктура с высокой плотностью дислокаций, содержащая выделения наноразмерных частиц $Al_6(Mn, Fe)$ и Al_3Zr .

Дислокации образуют стенки внутри бывших литых зерен (дендритов), в то время как плотность дислокаций в области зерна, ограниченной дислокационными стенками, более низкая. Такая структура приводит к повышению, как прочности, так и пластичности сплава по сравнению с литым состоянием: прочность сплава после РКУП увеличилась в 1,3–1,5 раза, а относительное удлинение – в 2,0–2,5 раза. Сохранение пластичности при повышении прочности за счет теплого РКУП было получено и на сплаве Al–Zn–Mg–Cu [211].

В работе [212] авторы за счет КВД и термической обработки старением сплава Al–0,4 % Mg–1 % Si–0,2 % Fe–0,1 % Cu–0,15 % Ti получили баланс высокой прочности и высокого относительного удлинения: предел текучести 459 МПа, предел прочности 523 МПа, относительное удлинение 36 %; в то время как перед старением сплав имел всего 3 % относительного удлинения при такой же прочности. Высокую пластичность авторы связали с захватом дислокаций выделившимися при старении частицами кремния, что ограничивает путь пробега дислокации и обеспечивает квазиравномерное поведение при деформации. В то же время иные механизмы повышения пластичности, а именно уменьшение плотности дислокаций внутри кристаллитов в результате термической обработки, не обсуждались.

В сплавах с ультрамелкозернистой структурой существует и другой механизм аккомодации – сверхпластическое течение, наблюдаемое обычно при повышенных температурах [28, 29]. В то же время явление низкотемпературной сверхпластичности наблюдалось в процессе КВД-деформации заэвтектического сплава Al–18 % Са при формировании в интерметаллидной фазе Al_4Ca нанокристаллической структуры с размером кристаллитов 10–50 нм [213].

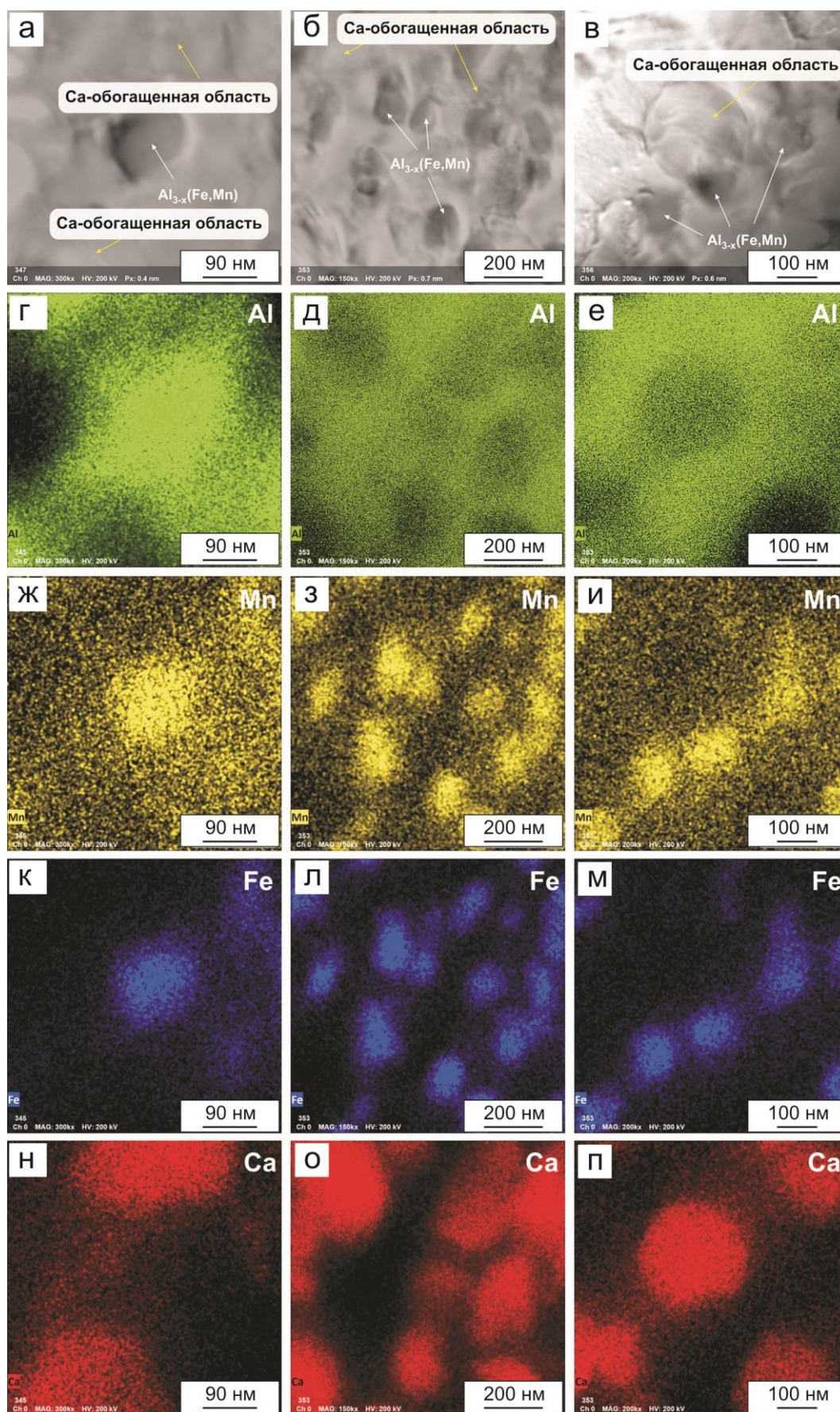


Рисунок 24. Сегрегации кальция в структуре сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–1,3 % Fe после РКУП [209]

Таким образом, метод КВД позволяет достигать сверхвысокое упрочнение в сплавах на основе алюминия за счет наибольших степеней пластической деформации. В настоящее время рассматривается возможность использования образцов, полученных данным методом, как полуфабрикатов для изготовления изделий из них в таких сферах, как электроника и робототехника.

3.3 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности в циркониевых сплавах

В ГПУ-сплавах на основе циркония и титана одним из механизмов достижения высокой прочности является фазовое превращение, инициированное высоким давлением и сдвиговой деформацией [214-234]. Сплавы системы цирконий-ниобий применяются в основном в атомной энергетике [235, 236]. Учитывая превосходные биосовместимость и биоинертность Zr–Nb-сплавов, улучшение их механических и функциональных свойств расширит их использование в медицине [237-241]. Влияние больших пластических деформаций на структуру и механические свойства циркониевых сплавов изучалось в ряде работ [217, 227-229, 242-247].

В циркониевом сплаве Э125 (Zr–2,5 % Nb) фазовое превращение α -Zr $\rightarrow$ ω -Zr происходит в процессе КВД при давлении около 2 ГПа, причем наиболее полно при температурах от комнатной до 200 °С (при более высоких температурах количество ω -фазы в структуре сплава сильно уменьшается, а при температуре 400 °С составляет всего около 5 %) [231].

В настоящей работе в качестве материала для исследования использовали прутки из промышленного циркониевого сплава Э125 в состоянии поставки с последующим рекристаллизационным отжигом ($T = 580$ °С, 6 ч) [248]. КВД проводили при температуре 200 °С, давлении 4 ГПа с $N = 5$ (оборотов) на образцах сплава диаметром 20 мм и исходной толщиной

1,5 мм. КВД проводили в «лунке», расположенной в нижней наковальне, для получения постоянной конечной толщины образца около 1 мм. Фазовый анализ проводили методом рентгеновской дифрактометрии с использованием дифрактометра ДРОН 3М и монохроматизированного излучения $\text{CoK}\alpha$, а также с использованием синхротронного излучения на просвет с пространственным разрешением 350 мкм. Однородность деформации после КВД проверяли путем измерения микротвердости по Виккерсу (нагрузка 0,5 Н, время выдержки 10 с) образцов вдоль радиуса. Термическую устойчивость упрочненного состояния образцов после КВД оценивали по изменению их микротвердости после его нагрева в вакууме до температур 100–500 °С (с шагом 50 °С и выдержкой 1–5 ч). Испытание на растяжение проводили на миниатюрных образцах толщиной 0,8 мм и размером рабочей части 5 мм × 1,5 мм с помощью машины INSTRON 5966. Образцы для растяжения вырезали электроискровым методом, так, что их рабочая часть соответствовала середине радиуса дискообразного КВД-образца.

В исходном состоянии размер рекристаллизованного зерна $\alpha\text{-Zr}$ в сплаве Э125 составлял 1–2 мкм. Кроме этого рентгеновский анализ выявил в структуре $\alpha\text{-Zr}$ -матрицы наличие фаз $\beta\text{-Nb}$ и $\beta\text{-Zr}$ с объемными долями 1,1–1,5 %. КВД сплава при температуре 200 °С привело к формированию зеренно-субзеренной нано- и субмикроструктурной структуры с большой долей равноосных зерен размером 80–110 нм и высокой плотностью дислокаций (рисунок 25). Наблюдалась фрагментация внутренней структуры отдельных зерен на полосы толщиной 3–20 нм.

Рентгеновский фазовый анализ выявил фазовое превращение $\alpha\text{-Zr} \rightarrow \omega\text{-Zr}$ ($\alpha\text{-Zr} \rightarrow \omega\text{-Zr} + \beta\text{-Zr}$) в ходе КВД сплава, которое было подтверждено с использованием синхротронного излучения. Смесь фаз $\omega\text{-Zr}$ и $\alpha\text{-Zr}$ наблюдалась как в середине, так и на периферии образца. Достоверно выявить наличие ОЦК фазы $\beta\text{-Zr}$ в сплаве после КВД методом рентгеновского фазового анализа не удалось – линий, принадлежащих фазе $\beta\text{-Zr}$ (с учетом близкого положения линий $\beta\text{-Zr}$ и $\omega\text{-Zr}$), не обнаружено. После

КВД в структуре сплава присутствует 87 % фазы ω -Zr и сохраняется 13 % фазы α -Zr.

Микротвердость сплава после КВД составила 370–390 HV (на середине радиуса образца), что в $\sim 2,4$ раза выше микротвердости рекристаллизованного сплава. В центре образцов значения микротвердости составили около 250 HV. Высокая микротвердость сплава (350–390 HV) сохраняется при нагреве до 300–325 °C при времени выдержки не менее 5 ч.

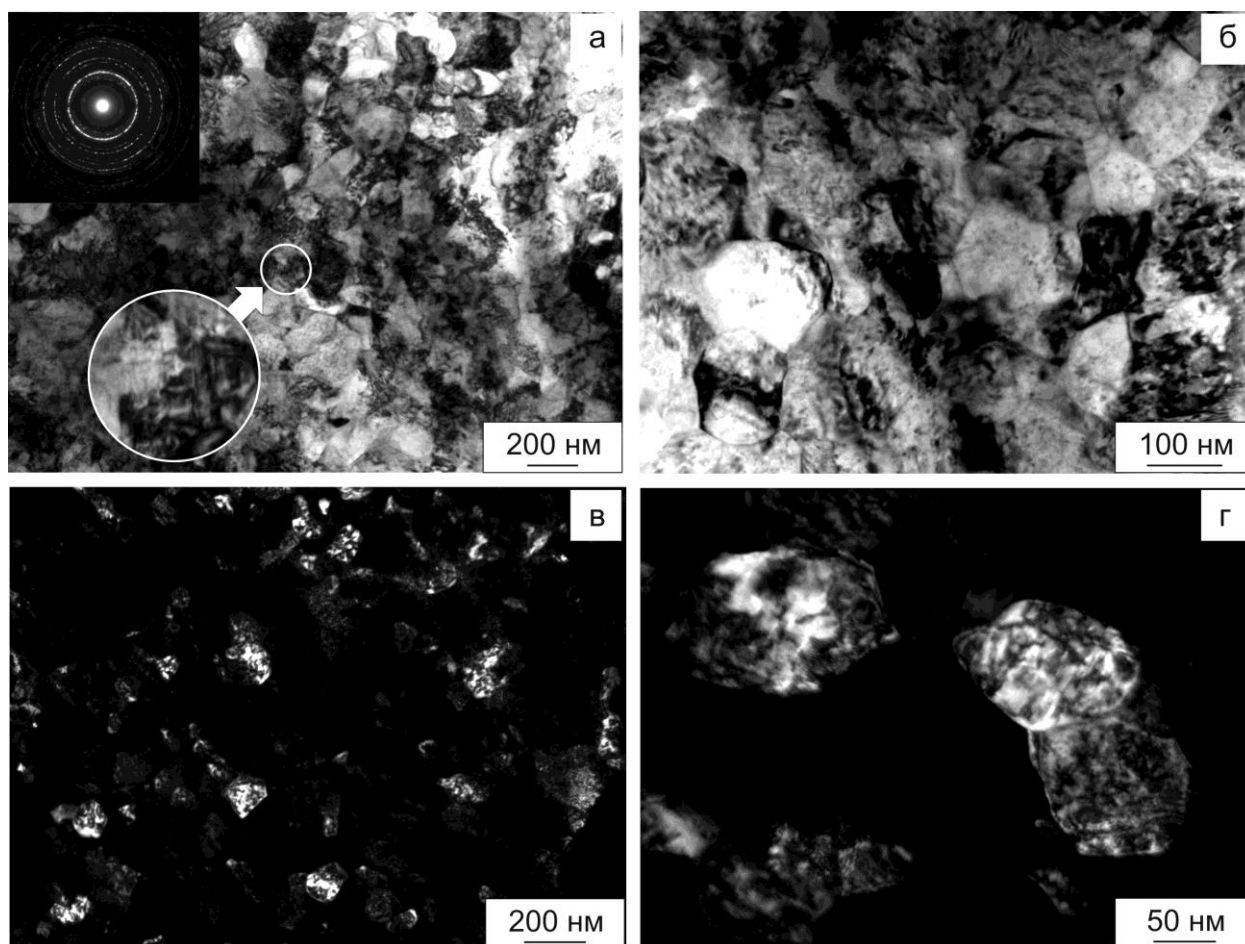


Рисунок 25. Микроструктура сплава Э125 после КВД при 200 °C в области середины радиуса образца (ТЭМ): а, б – светлопольные изображения; в, г – темнопольные изображения [248]

Нагрев сплава после КВД до температуры ~ 350 °C в течение 1 ч приводит к снижению микротвердости до 250–280 HV. Увеличение продолжительности выдержки при нагреве с 1 до 5 ч значительно не влияет на

изменение значений микротвердости. Последующий нагрев до более высоких температур (400 °С и выше) приводит к дальнейшему снижению микротвердости вплоть до уровня исходного состояния сплава.

Обратное превращение $\omega\text{-Zr} \rightarrow \alpha\text{-Zr}$ происходит при нагреве. На рисунке 26 показано изменение соотношения фаз в структуре сплава при нагреве. Изменение микротвердости в ходе нагрева КВД-сплава коррелирует с изменением структурно-фазового состава. Видно, что нагрев до температуры 250–275 °С почти не оказывает влияния на превращение $\omega\text{-Zr} \rightarrow \alpha\text{-Zr}$. При нагреве до температуры 300 °С в структуре сплава содержится 36 % фазы $\alpha\text{-Zr}$ и 64 % фазы $\omega\text{-Zr}$. При нагреве до температуры 325 °С в структуре сплава содержится 60 % фазы $\alpha\text{-Zr}$ и 40 % фазы $\omega\text{-Zr}$. При этом в структуре наблюдается рост некоторых зерен до 500 мкм. Такой «аномальный» рост зерен при нагреве характерен для ультрамелкозернистых материалов и объясняется неоднородным распределением деформаций в объеме материала [9].

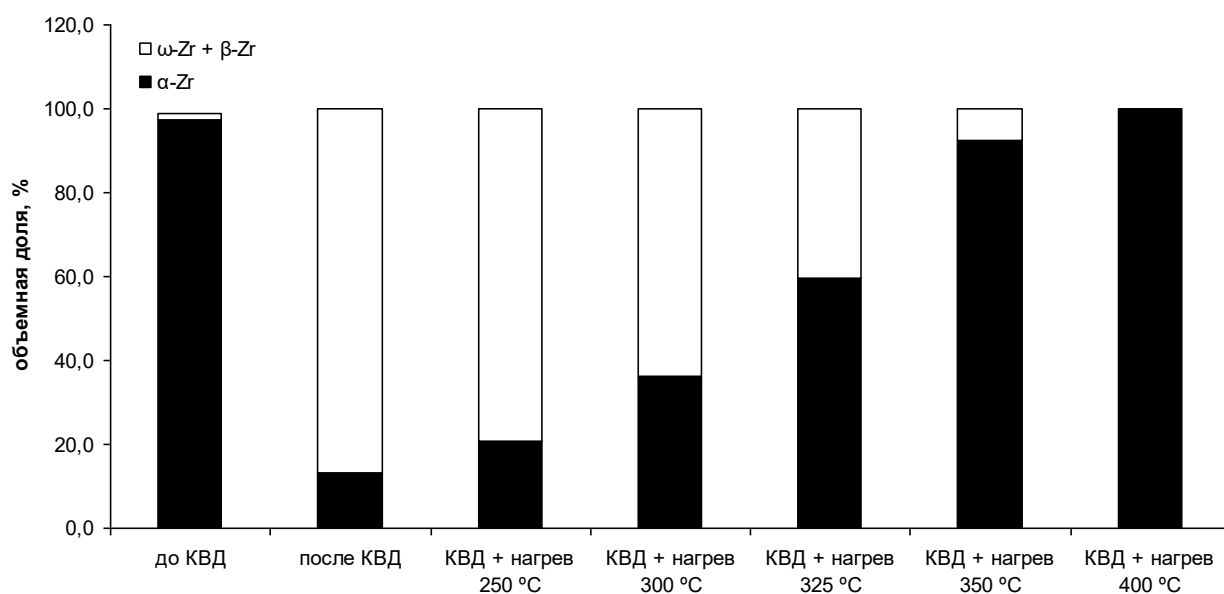


Рисунок 26. Влияние КВД и последующего нагрева на соотношение фаз $\alpha\text{-Zr}$ и $\omega\text{-Zr}$ в структуре сплава Э125 [248]

Наиболее интенсивно превращение $\omega\text{-Zr} \rightarrow \alpha\text{-Zr}$ происходит при

температуре нагрева 350 °С, когда в структуре сплава остается только 7 % фазы ω -Zr, что сопровождается резким снижением микротвердости. При этой же температуре нагрева наблюдается формирование более однородной преимущественно равноосной зеренной структуры и рост зерна до среднего значения 315 мкм. В структуре видны единичные выделения второй фазы диаметром менее 50 нм, которые, вероятно, являются частицами β -Nb. При нагреве до температуры 400 °С фазовое превращение ω -Zr $\rightarrow$ α -Zr полностью завершается, и в структуре присутствует ~100 % фазы α -Zr.

Испытания на растяжение показали, что в исходном состоянии пределы текучести и прочности сплава Э125 составили 230 и 420 МПа, соответственно, а относительное удлинение 27 % (рисунок 27). После КВД сплав характеризуется нулевой пластичностью, и разрушение образца происходит сразу после достижения предела упругости при напряжении около 1050 МПа. Отжиг после КВД при температурах до 300 °С заметно не изменяет механическое поведение сплава при растяжении. С повышением температуры отжига до 325 °С (5 ч) пределы прочности и текучести сплава уменьшаются до 960 и 930 МПа, соответственно, при относительном удлинении ~2 %. Дальнейшее повышение температуры отжига до 335 °С приводит к снижению предела прочности до 900 МПа и увеличению относительного удлинения до ~5 %. При этом на кривой растяжения появляется участок локализованной деформации. После отжига при температуре 350 °С пределы прочности и текучести резко снижаются до 640 и 590 МПа, соответственно, а относительное удлинение увеличивается до 18 %, а после отжига при температуре 400 °С эти характеристики составили 570 МПа; 510 МПа и 24 %, соответственно.

Таким образом, наличие твердой, но хрупкой ω -фазы высокого давления вносит основной вклад в упрочнение. Однако при этом сплав полностью теряет запас пластичности, и при нагружении образец хрупко разрушается без заметной пластической деформации. Формирование структуры с небольшим количеством ω -Zr-фазы (10–30 %) и размером зерна

в субмикронном диапазоне (100–300 нм) за счет деформационной обработки КВД и последующим отжигом в определенном температурном диапазоне обеспечивает в сплаве Э125 состояние с высокой прочностью (900 МПа) и удовлетворительной пластичностью (относительное удлинение 5 %).

В отличие от КВД обработка Zr–Nb сплавов методами РКУП или РК не приводит к $\alpha\text{-Zr} \rightarrow \omega\text{-Zr}$ превращению [242-245, 249-251]. В отсутствии ω -фазы Zr–Nb сплавы ограничено упрочняются при деформировании.

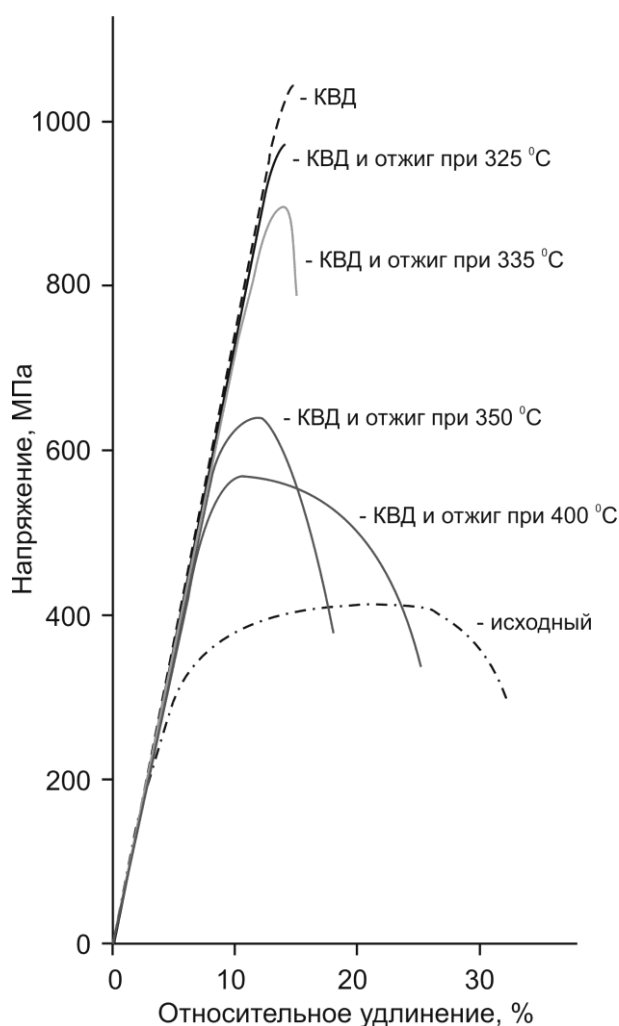


Рисунок 27. Типичные кривые «напряжение-деформация» сплава Э125 в различных состояниях [248]

В настоящей работе для РКУП-обработки использовали прутки сплава Э125 диаметром 20 мм и длиной 100 мм в состоянии поставки, которые перед РКУП обрабатывали рекристаллизационным отжигом ($T = 580\text{ °C}$, 6 ч) [250].

РКУП проводили, используя маршрут В_С, в изотермических условиях, но со ступенчатым понижением температуры, по двум режимам: 2 прохода при $T = 425\text{ }^{\circ}\text{C}$ + 2 прохода при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ + 2 прохода при $T = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ (режим 1); 2 прохода при $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ + 2 прохода при $T = 425\text{ }^{\circ}\text{C}$ + 2 прохода при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ (режим 2).

Анализ структурно-фазовых превращений в сплаве при температурах от $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $570\text{ }^{\circ}\text{C}$ проводили на Фурье дифрактометре высокого разрешения на импульсном реакторе ИБР-2 в вакууме. Нейтронограммы высокого разрешения измерялись детекторами, расположенными при средних углах рассеяния $\pm 152^{\circ}$, в интервале межплоскостных расстояний от 0,6 до 3,6 Å. Анализ нейтронограмм проводили методом Ритвельда в программах «MR1A» и «FullProf», с использованием встроенных таблиц для длин когерентного рассеяния. Испытания образцов сплава на одноосное растяжение проводили на универсальной испытательной машине INSTRON-5966 при комнатной температуре на плоских образцах [233].

Методом ТЭМ показано, что ступенчатое РКУП сплава Э125 приводит к формированию зеренно-субзеренной субмикроструктурной бимодальной структуры с высокой плотностью дислокаций. Кольцевая электронограмма свидетельствует об образовании зеренно-субзеренной структуры. Средний размер зерна (кристаллита) после РКУП по режиму 1 составил 185 нм, при этом наблюдается бимодальная структура – мелкие равноосные кристаллиты в окружении более крупных преимущественно вытянутых (рисунки 28 а). Повышение конечной температуры прессования с 350 до 400 °C приводит к формированию преимущественно равноосной структуры, при этом средний размер кристаллитов повышается до 250 нм (рисунки 28 б).

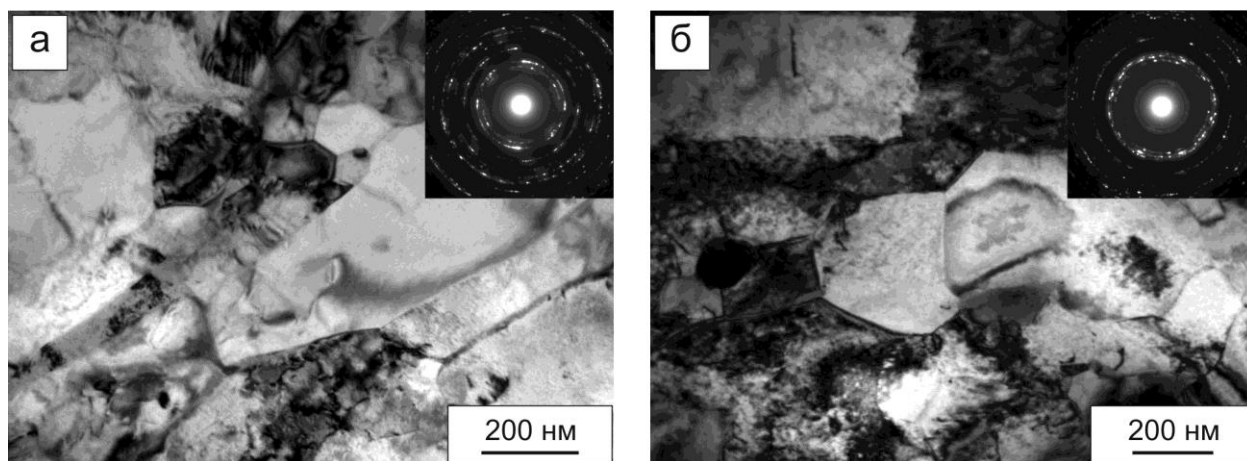


Рисунок 28 – Микроструктура сплава Э125 после РКУП и после РКУП: (а) режим 1; б – режим 2 [250]

РКУП приводит к существенному повышению прочности сплава (таблица 6). После РКУП по режиму 1 предел текучести и прочности сплава составил 700 и 820 МПа, соответственно, (в исходном состоянии 230 и 420 МПа, соответственно), а относительное удлинение 10 % (в исходном состоянии 27 %). После РКУП по режиму 2 (т.е. при повышении конечной температуры последнего прохода РКУП с 350 до 400 °С) прочность сплава ниже: предел текучести составил 470 МПа, предел прочности 650 МПа), а относительное удлинение выше и составило 14 % [233, 250].

Таблица 6. Механические свойства сплава Э125 в различных состояниях [250]

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_B/\sigma_{0,2}$
Исходное состояние	230±8	420±8	27,0±0,9	1,83
РКУП-1	700±12	820±11	10,0±0,6	1,17
РКУП-2	470±9	650±9	13,6±0,6	1,38
РКУП-1 и нагрев при 450 °С, 3 ч	660±9	720±10	15,4±0,5	1,09

Анализ нейтронограмм показал, что сплав Э125 в состоянии после

РКУП, остается однофазным в интервале температур от 23 до 490 °С с гексагональной структурой α -Zr, а при 570 °С появляется вторая фаза β -Nb. На нейтронограммах исходного и подвергнутого РКУП образцах отмечается наличие текстуры в направлении (001) [233].

Таким образом, после РКУП, в отсутствие α -Zr $\rightarrow\omega$ -Zr превращения, предел прочности сплава Э125 повышается не более чем в 2 раза, при этом материал сохраняет удовлетворительный запас пластичности (относительное удлинение около 10 %). При этом основной механизм повышения прочности Zr–Nb сплавов при РКУП – накопление высокой плотности дислокаций в структуре, а дополнительный – измельчение зеренной структуры до субмикронных размеров. Однако высокая плотность дислокаций в структуре циркониевого сплава приводит к раннему трещинообразованию при нагружении, поэтому равномерная деформация Zr–Nb сплавов после РКУП очень мала (не более 2 %); сосредоточенное удлинение связано с протяженной областью локализованной деформации, которая обеспечивается субмикрокристаллической бимодальной структурой.

Для повышения пластичности и улучшения механических свойств биосовместимого циркониевого сплава Э125, за счет создания более благоприятно ориентированной структуры, использован один из методов большой пластической деформации – РК. Ковку заготовок в исходно рекристаллизованном состоянии с начального диаметра 12 мм до конечного диаметра 6,5 мм осуществляли на модернизированной двухбойковой ротационно-ковочной машине В2129.01 производства ОАО «Прессмаш» за 9 проходов, нагревая заготовки перед ковкой и между проходами до температуры 200 °С: обжатие за проход составляло 7–19 % [251].

Микроструктура сплава после РК была охарактеризована методом ТЭМ. В результате РК при температуре 200 °С в сплаве сформировалась сильно неоднородная ультрамелкозернистая зеренно-субзеренная структура с высокой плотностью дислокаций (рисунок 29). Структура имела ярко выраженную направленность вдоль оси заготовки. Размер равноосных

кристаллитов составил 140–320 нм, а вытянутых субзерен 70–480 нм. Кроме этого, структура сплава в рекристаллизованном состоянии содержала довольно большую долю наноразмерных частиц β -Nb. Послековки в структуре обнаружены только единичные частицы β -Nb, что может свидетельствовать о растворении частиц β -Nb в процессековки.

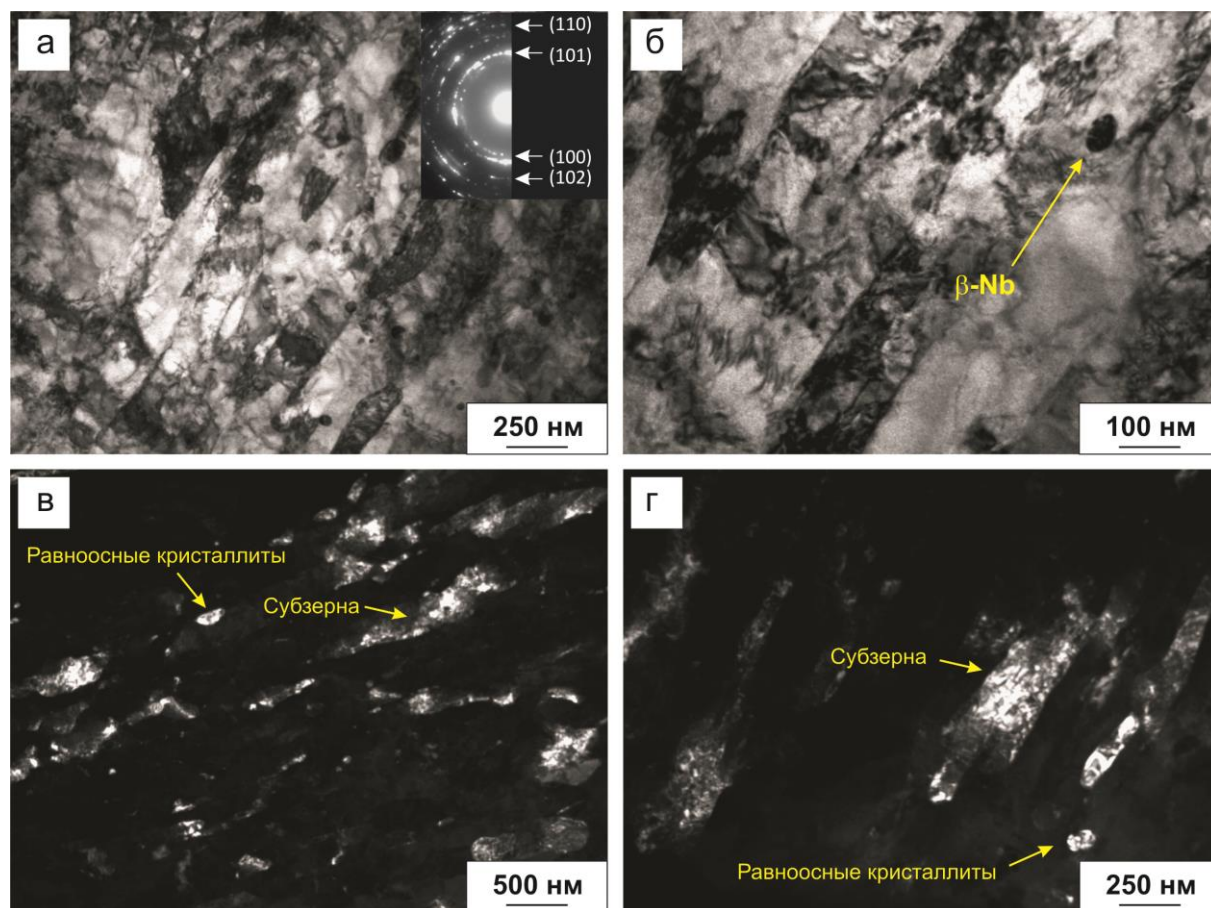


Рисунок 29. Микроструктура циркониевого сплава Э125 после ротационнойковки при 200 °С (ТЭМ): (а-в) светлопольные изображения; (г) темнопольное изображение

На рисунке 30 приведены рентгеновские дифрактограммы сплава Э125 в состоянии поставки (холодная деформация поставкой и частичная рекристаллизация), после отжига и после РК на диаметр 6,5 мм. Видно, что сплав всех состояний имеет однофазную структуру твердого раствора α -Zr, также как и в случае РКУП-обработки. Наблюдаемые методом ТЭМ в структуре рекристаллизованного сплава частицы β -Nb рентгеновским

методом не выявлены, по-видимому, из-за их небольшой доли (около 2 %) и неравномерного (строчечного) распределения в структуре. Для сплава в состоянии поставки ширина на полувысоте рентгеновской линии $(114)_{Zr}$ составила $0,91^\circ$, после отжига уменьшается до $0,73^\circ$, а после РК увеличивается до максимального значения $1,16^\circ$, что можно связать с последовательным уменьшением (при отжиге) и увеличением (при РК) плотности дислокаций и измельчением структуры.

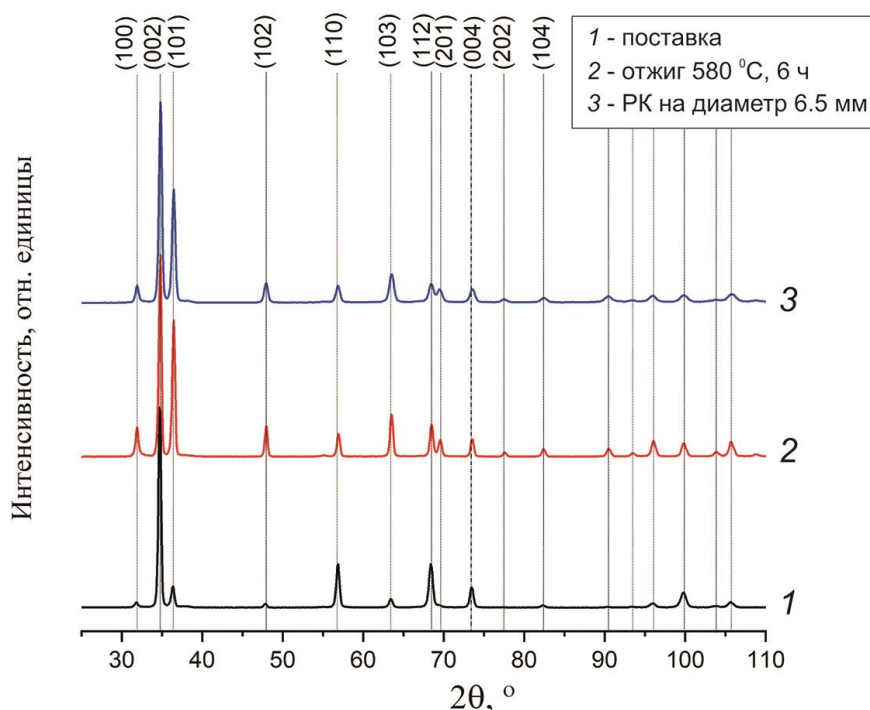


Рисунок 30. Рентгеновские дифрактограммы сплава Э125 в различных состояниях [251]

Формирование такой структуры в сплаве Э125 в результате РК привело к существенному повышению его прочности при растяжении по сравнению с рекристаллизованным состоянием (таблица 7). Так, пределы текучести и прочности сплава составили 645 и 821 МПа, соответственно (в 2,1 и 1,6 раза выше, соответственно, по сравнению с рекристаллизованным состоянием). При этом полное относительное удлинение не изменилось и составило 32 %. Полученные значения пределов текучести и прочности выше в 1,3 и 1,2 раз, соответственно, по сравнению со сплавом в состоянии поставки и выше в 1,2

раза по сравнению со сплавом в состоянии поставки [251]. Кривые «напряжение-деформация» сплава после РК характеризуются протяженной областью локализованной деформации (рисунок 31). Несмотря на то, что равномерная деформация после РК уменьшается в 2 раза, сплав сохраняет высокую прочность до деформации ~10 %. Повышение температуры РК до 300 °С значимо не влияет на механические свойства.

Полученный за счет РК комплекс механических свойств сплава Э125 близок к достигнутому ранее за счет РКУП через 6 проходов с температурой последнего прохода 350 °С [250]. Так, предел текучести сплава после РКУП всего на 6 % выше предела текучести сплава после РК, а предел прочности сплава после РКУП сопоставим с пределом прочности сплава после РК, несмотря на более высокую температуру РКУП по сравнению с РК. Относительное удлинение сплава после РК в 3 раза выше, чем после РКУП. При этом можно отметить следующие отличия в структуре сплава после РКУП и после РК: в структуре сплава после РКУП больше доля равноосных кристаллитов с большеугловыми границами, и нет вытянутости структуры [250]. По-видимому, основной вклад в прочность сплава вносят дислокации, плотность которых после РКУП и РК сопоставима [251].

Таблица 7. Механические свойства сплава Э125 в различных состояниях

Состояние	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	$\delta_{равн}$, %
Поставка (частично рекристаллизованный)	507	679	24,0	7,0
Рекристаллизованный	313	491	32,0	14,0
РК на диаметр 6,5 мм при 200 °С	645	821	32,0	3,7
РК на диаметр 6,5 мм при 300 °С	612	824	32,0	3,3

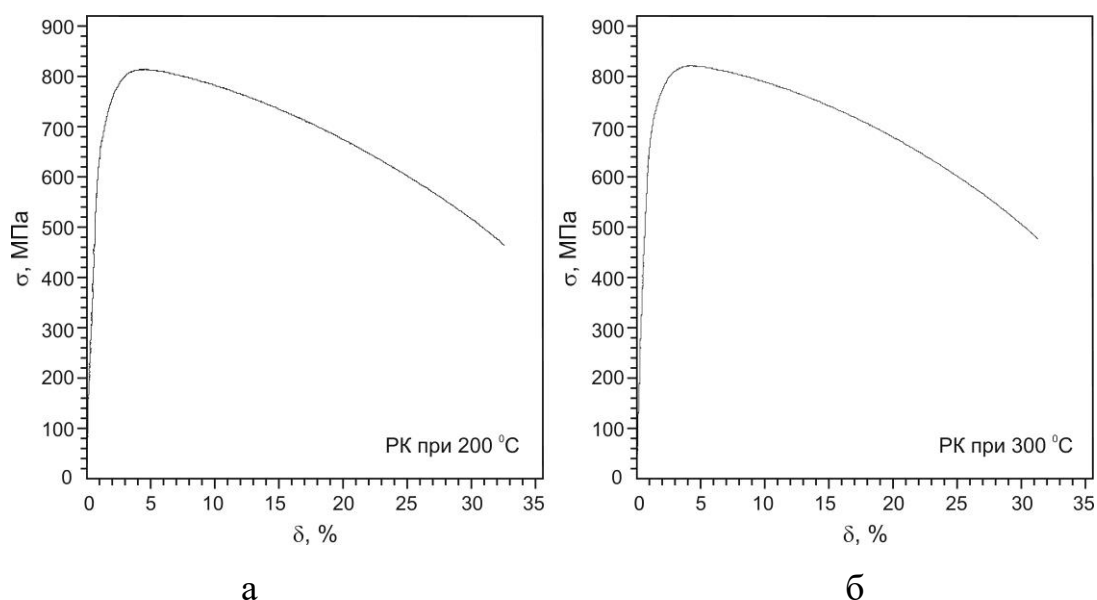


Рисунок 31. Кривые «напряжение-деформация» циркониевого сплава Э125 после ротационнойковки: (а) ковка при 200 °С; (б) ковка при 300 °С

Таким образом, более высокая пластичность сплава Э125 (полное относительное удлинение до 30 %, равномерное – около 5 %) при такой же прочности как после РКУП (около 800 МПа) достигается методом РК за счет создания аналогичной, но благоприятно ориентированной для деформации структуры. Технология обработки сплава Э125 методом РК с точки зрения достигнутого комплекса механических свойств не уступает технологии РКУП. Напротив метод РК является более технологичным, т.к. позволяет осуществлять процесс при более низких температурах, а также получать длинномерные заготовки.

Полученные результаты позволили рекомендовать сплав Э125 в упрочненном методом РК состоянии как биоинертный материал для производства стоматологических имплантатов и опробовать технологию изготовления конструктивных элементов имплантатов из полученных полуфабрикатов в производственных условиях предприятия ООО «ЗД-КОМПОНЕНТ» (см. Приложение Б). Внешний вид стоматологического имплантата, полученного из прутка сплава Э125 после РК, показан на рисунке 32.

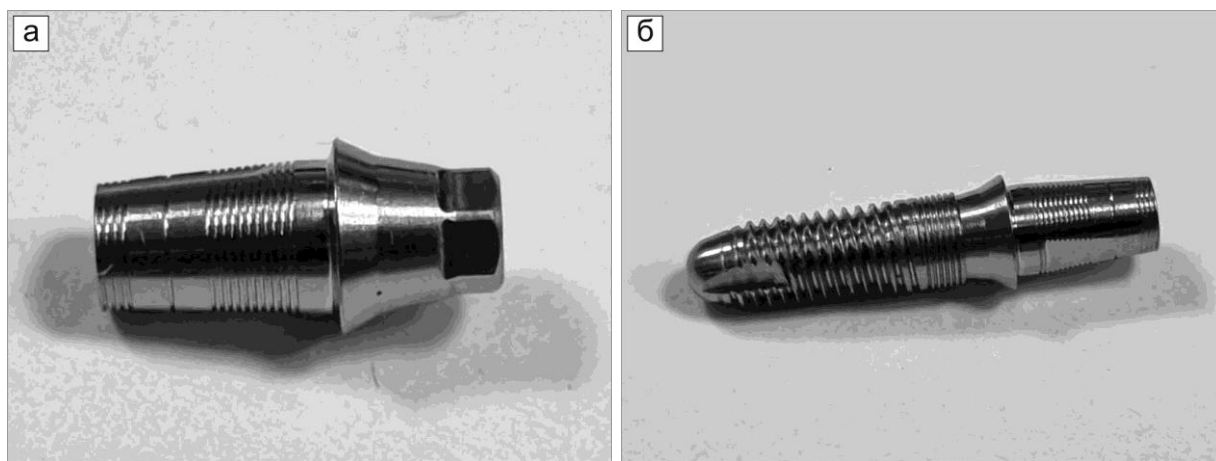


Рисунок 32. Внешний вид имплантата, полученного из прутка сплава Э125 после ротационнойковки: а – супраструктура (абатмент); б – система имплантат-абатмент в сборе

3.4 Структурные факторы управления балансом прочности и пластичности в композиционных металлических материалах

Современное материаловедение изучает и широко использует возможности, заложенные в идею создания композиционных материалов, благодаря комплексу свойств, который не может быть достигнут с использованием одного материала [252-256].

В последние годы новый этап развития получила концепция, связанная с использованием больших пластических деформаций как метода изготовления композиционных материалов с одновременным формированием ультрамелкозернистой структуры в их компонентах [257-264]. Иными словами, большие пластические деформации могут быть использованы с двоякой целью: и как метод улучшения свойств отдельных компонентов композита из разнородных металлических материалов за счет измельчения их зеренной структуры, и как способ соединения этих компонентов. Подобный подход с использованием некоторых традиционных методов обработки металлов давлением (например, волочения), использовался и ранее [265].

Так, в электротехнике и электроэнергетике требуются композиционные

проводники повышенной прочности на основе меди (систем медь-алюминий и медь-железо), обеспечивающие наряду с высокой электропроводностью уменьшение массы провода по сравнению с чистой медью или медным сплавом и более низкую стоимость [266-273]. Получение таких длинномерных композиционных заготовок возможно методом РК [274-277].

В композиционных материалах, полученных с использованием методов больших пластических деформаций, обеспечение высокой прочности и пластичности является сложной задачей из-за их изначально неоднородной структуры. В настоящей работе методом холодной РК созданы длинномерные (1000–3000 мм) медно-алюминиевые композиционные образцы (оболочка из меди, стержень из алюминиевого сплава) диаметрами 5–2,5 мм: «медь/алюминиевый сплав Д16», «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» [278-283].

Медно-алюминиевую композиционную заготовку собирали в трех вариантах дизайна (см. рисунок 33).

(1) В первом варианте дизайна заготовка представляла собой стержень из алюминиевого сплава Д16 (Al–Mg–Cu) диаметром 12 мм, помещенный в оболочку из чистой меди (99,97 %) с внешним диаметром 20 мм;

(2) Во втором варианте дизайна между оболочкой и стержнем были продольно уложены пять волокон из стали типа 12Х18Н10Т диаметром 0,72 мм на одинаковом расстоянии друг от друга по окружности;

(3) В третьем варианте дизайна заготовка представляла собой стержень из термически высокоустойчивого алюминиевого сплава эвтектического состава Al–10 % La диаметром 12 мм, помещенный в оболочку из чистой меди (99,97 %) с внешним диаметром 20 мм [282].

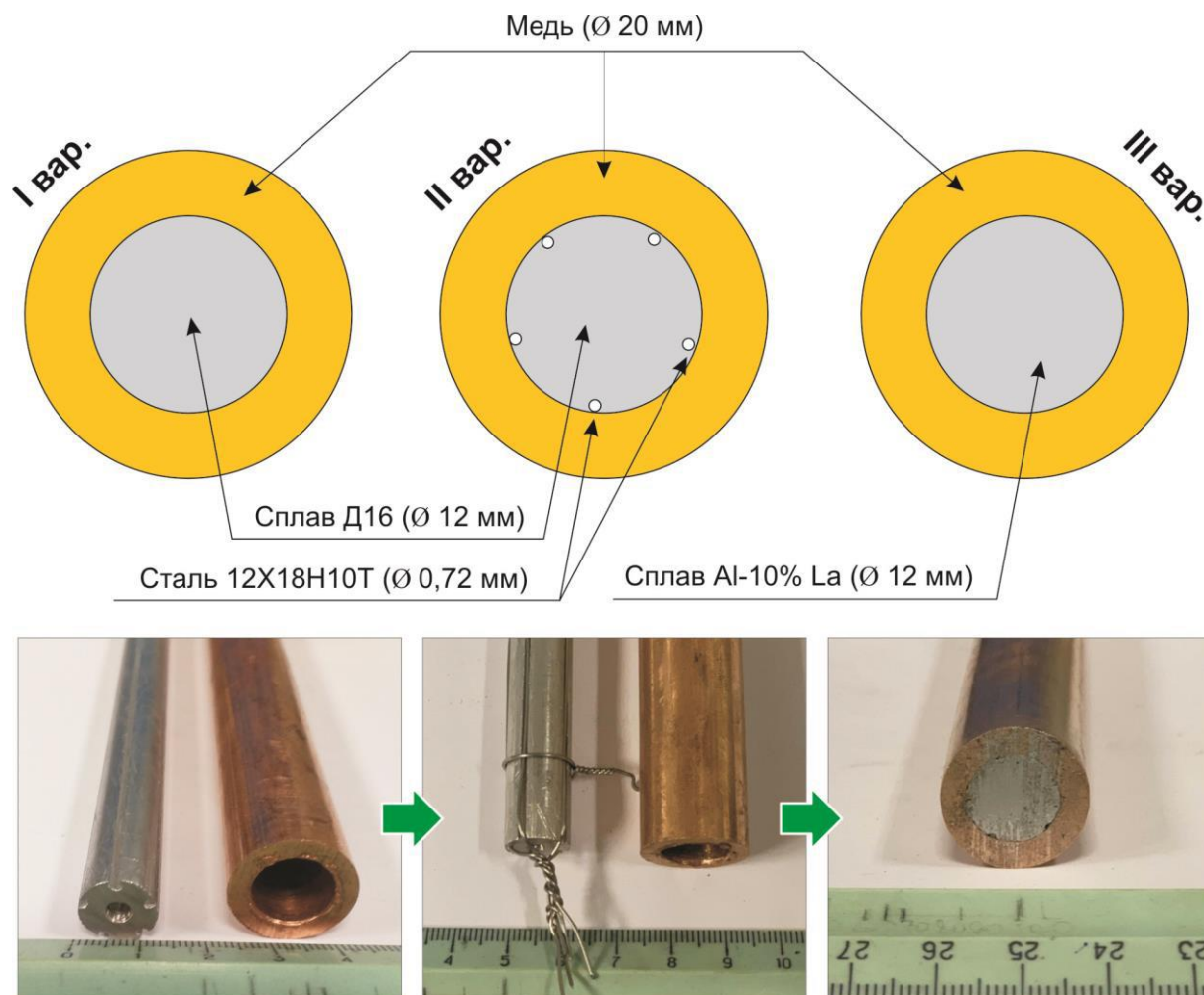


Рисунок 33. Схематическое изображение (вверху) и общий вид (внизу) заготовок «медь/алюминиевый сплав» и «медь/сталь/алюминиевый сплав»

Длина заготовок в собранном виде составляла 200 мм. Перед сборкой компоненты заготовки механически обрабатывали на токарном станке СKE6130i с ЧПУ и подвергали смягчающему отжигу в вакууме: при температуре 400 °С с выдержкой 2 ч для сплава Д16 и при температуре 500 °С с выдержкой 40 мин для меди. Сталь использовали в состоянии поставки (твёрдость 258 HV) [282]. Алюминиевый сплав Al–10 % La использовали в литом состоянии.

Ковку заготовок осуществляли на трех модернизированных двухбойковых ротационно-ковочных машинах производства ОАО «Прессмаш»: с диаметра 20 мм до диаметра 5,5 мм – на машине В2129.01, с диаметра 5,5 мм до диаметра 4 мм – на машине В2127.01, и с диаметра 4 мм

до диаметра 2,5 мм – на машине В2123.01. Обжатие за проход составляло 8–35 % [282]. Все заготовки ковали при комнатной температуре, но с периодическим низкотемпературным отжигом в трубчатой печи при 180 °С для снятия наклепа между проходами. Первый отжиг проводили при достижении диаметра заготовки 5,0 мм; второй – 3,5 мм. Продолжительность каждого отжига 1 час [282].

По данным световой микроскопии структура компонентов композиционных образцов в отоженном состоянии (доковки) – меди и сплава Д16 – рекристаллизованная со средним размером зерна 36 и 3 мкм, соответственно. По данным рентгеновского фазового анализа, а также СЭМ, в исходном отоженном состоянии сплав Д16 состоял из зерен твердого раствора алюминия (Al) и частиц Al_2CuMg (S-фаза) с бимодальным распределением по размеру: со средним диаметром 3,5 мкм и 0,5 мкм. Расположение частиц было преимущественно по границам зерен, а их объемная доля составила около 14 %. Кроме этого выявлено небольшое количество крупных частиц типа $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$ размером 5–20 мкм и Al_2Cu (см. рисунок 34 а). Методом ТЭМ уточнен фазовый состав сплава Д16: выявлены мелкие частицы: Al_2Cu , Al_2CuMg , $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ и $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$ с преимущественными размером 100–500 нм, расположенные в структуре сплава вдоль определенного преобладающего направления [283]. Структура сплава Al–10 % La в литом состоянии описана выше (см. раздел 3.2).

По данным световой микроскопии, РК приводит к уменьшению размера зерна в алюминиевой оболочке и медном стержне. С увеличением обжатия дисперсность структуры повышается. В структуре меди наблюдаются многочисленные двойники; многие исходные крупные зерна фрагментированы на более мелкие.

Измельчение зерна в медной оболочке и, по-видимому, повышение плотности дислокаций вызывает уширение дифракционных линий на рентгенограмме (см. рисунок 34 б). Так, полная ширина на половине высоты линии (311)Cu послековки заготовки «медь/алюминиевый сплав Д16» с

диаметра 20 мм на диаметр 8,5 мм увеличилась с $(0,208 \pm 0,004)^\circ$ до $(0,411 \pm 0,017)^\circ$. При дальнейшем обжатии до диаметра 5 мм полная ширина на половине высоты линии $(311)\text{Cu}$ значимо не изменилась и составила $(0,363 \pm 0,010)^\circ$.

Согласно данным СЭМ, после РК фазовый состав сплава Д16 не изменяется, однако частицы Al_2CuMg измельчаются и распределяются в структуре преимущественно равномерно. Дисперсность частиц увеличивается с увеличением обжатия. На рентгенограмме образцов после ротационнойковки интенсивность пиков от фаз Al_2CuMg и Al_2Cu ослабевает и достигает уровня шума, что может быть связано с сильным измельчением частиц указанных фаз. Послековки на конечный диаметр 2,5 мм средний диаметр крупных частиц Al_2CuMg уменьшается до 1–2 мкм, а мелких – до 0,3 мкм или меньше. Кроме того, наблюдается дробление частиц $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$.

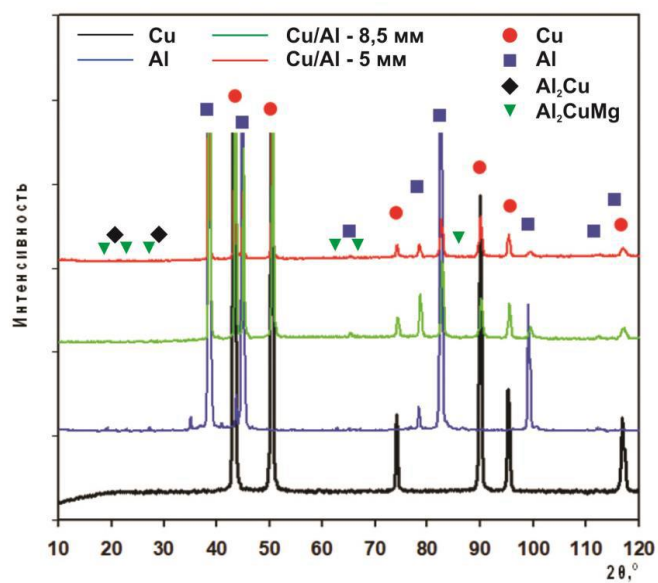
Методом ТЭМ уточнены структура и фазовый состав композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16»:ковка заготовки на диаметр 5 мм привела к накоплению в медной оболочке высокой плотности дислокаций и формированию смешанной ячеисто-субзеренной структуры с диаметром ячеек 0,15–0,4 мкм и вытянутыми субзернами с минимальной шириной 0,15–1 мкм. В алюминиевом стержне сформировалась ультрамелкозернистая зеренно-субзеренная структура, причем субзерна вытянуты вдоль оси заготовки. Преобладающая ширина субзерен, разделенных малоугловыми границами, составила 0,13–0,35 мкм, а диаметр равноосных кристаллитов с большеугловыми границами – 0,08–0,25 мкм. Кроме этого произошло измельчение частиц Al_2Cu , Al_2CuMg и $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$ в структуре алюминиевого сплава: наблюдались частицы прямоугольной формы с преимущественной длиной 0,1–0,4 мкм и ширина 0,05–0,1 мкм и частицы овальной или неправильной формы размером 0,1–1 мкм (см. рисунок 35). С уменьшением диаметра композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» до 3,5 мм в результате обжатия ковкой (с промежуточным отжигом при

180 °C) структура алюминиевого стержня не претерпела дальнейших изменений, а вытянутые субзерна в медной оболочке заняли преимущественно весь объем, а в локальных областях сформировались кристаллиты с формой близкой к равноосной и размером 0,15–0,4 мкм. Такая же структура медной оболочки и алюминиевого стержня сохраняется при дальнейшем обжати композиционного образца до диаметра до 2,5 мм (с промежуточным отжигом при 180 °C) [278].

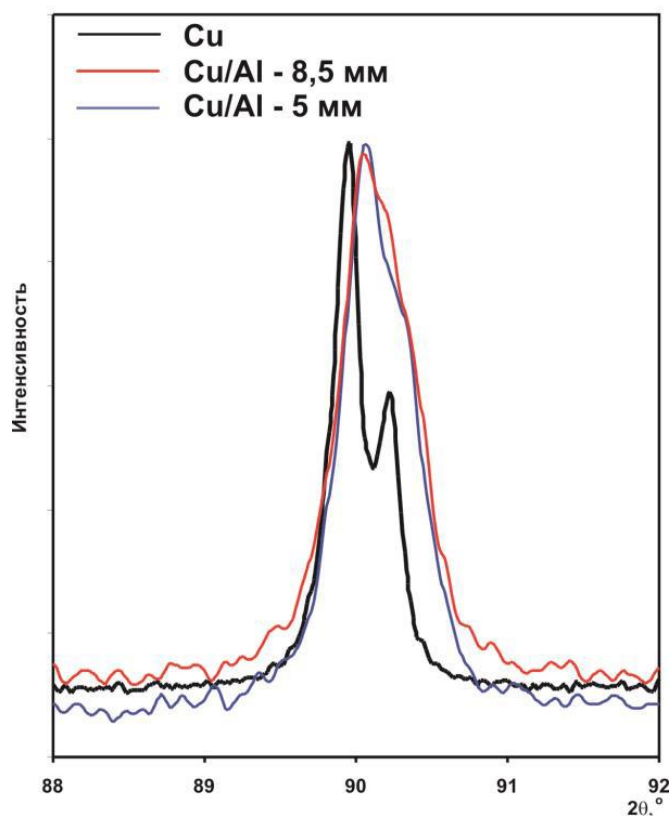
По данным СЭМ, в алюминиевом стержне композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» после РК на диаметр 5 мм, сохраняется тонкодисперсная эвтектическая структура с контурами ячеек дендритов. Преимущественный размер эвтектических частиц $Al_{11}La_3$ около 1 мкм и менее. С уменьшением диаметра композита до 2,5 мм строение эвтектики становится еще более дисперсным и однородным. В обоих случаях на концентрационных картах наблюдается равномерное распределение лантана в структуре алюминиевого стержня. С увеличением обжатия никаких изменений в медной оболочке методом СЭМ не выявлено.

Методом ТЭМ уточнены структура и фазовый состав композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La»: РК образца на диаметр 2,5 мм привела к накоплению большой плотности дислокаций в медной оболочке и формированию развитой дислокационной структуры. Дислокации формируют в основном малоугловые границы. В структуре наблюдаются и немногочисленные кристаллиты субмикронных размеров с формой близкой к равноосной. Кольцевые электронограммы свидетельствует о большем числе разноориентированных кристаллитов. Направленности зеренной структуры относительно направленияковки не наблюдается. В алюминиевом стержне сформировалась преимущественно ультрамелкозернистая зеренно-субзеренная структура с преобладающим размером кристаллитов 0,5–0,8 мкм. В то же время присутствуют кристаллиты с размером свыше 1 мкм. Эвтектические частицы $Al_{11}La_3$ ориентируются вдоль направленияковки и частично измельчаются. Таким образом, в структуре сохраняются как

неизмельченные частицы размером около 1–1,5 мкм, так и более мелкие размером 50–200 нм (см. рисунок 36) [279].



а



б

Рисунок 34. (а) Рентгенограмма компонентов композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» до и послековки и (б) фрагмент рентгеновской линии (311)Cu медной оболочки

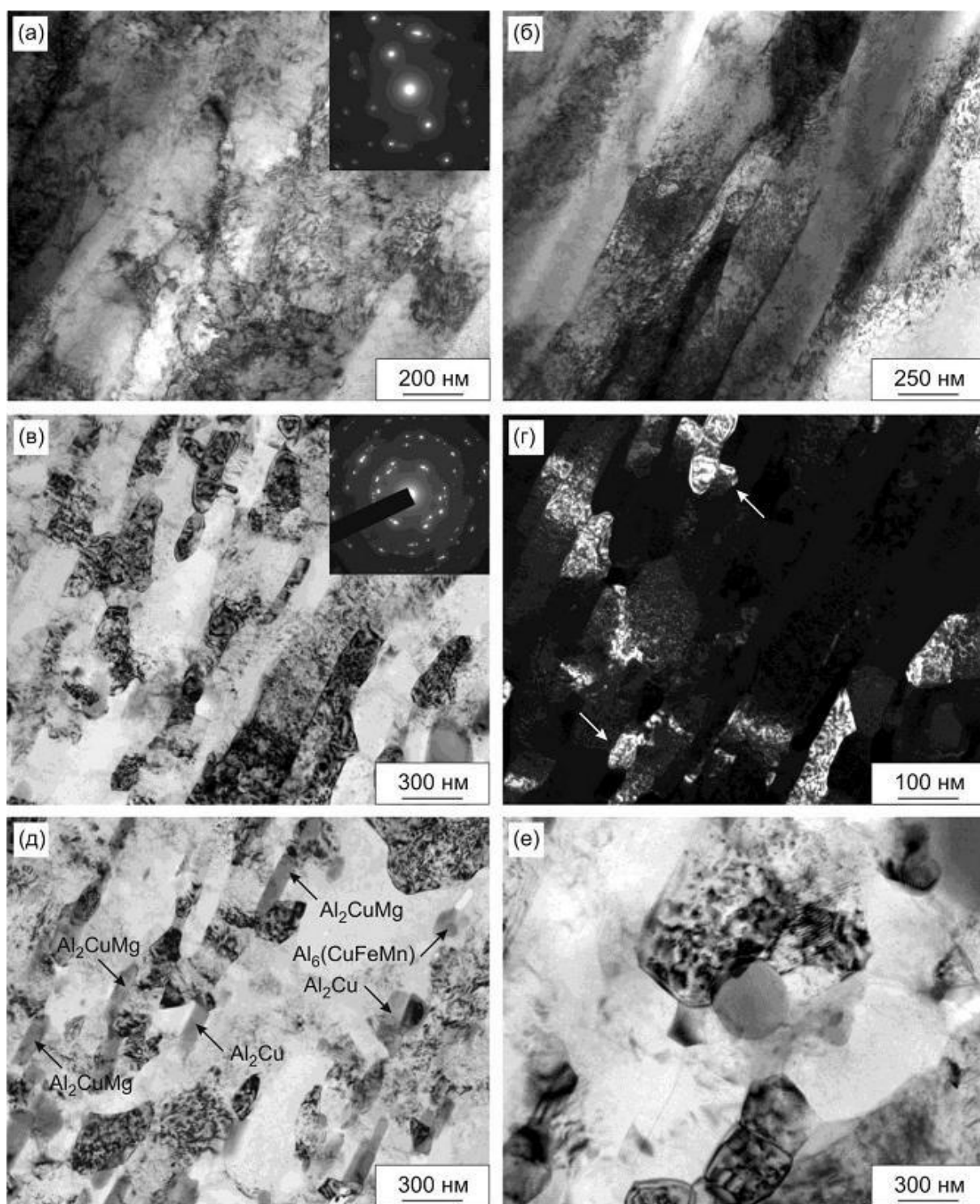


Рисунок 35. Микроструктура (а, б) медной оболочки и (в-е) алюминиевого стержня композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» после ротационнойковки до диаметра 5 мм (ТЭМ): а, б, в, д, е – светлопольные изображения; г – темнопольное изображение в рефлексе типа $(200)_{\text{Al}}$ [278]

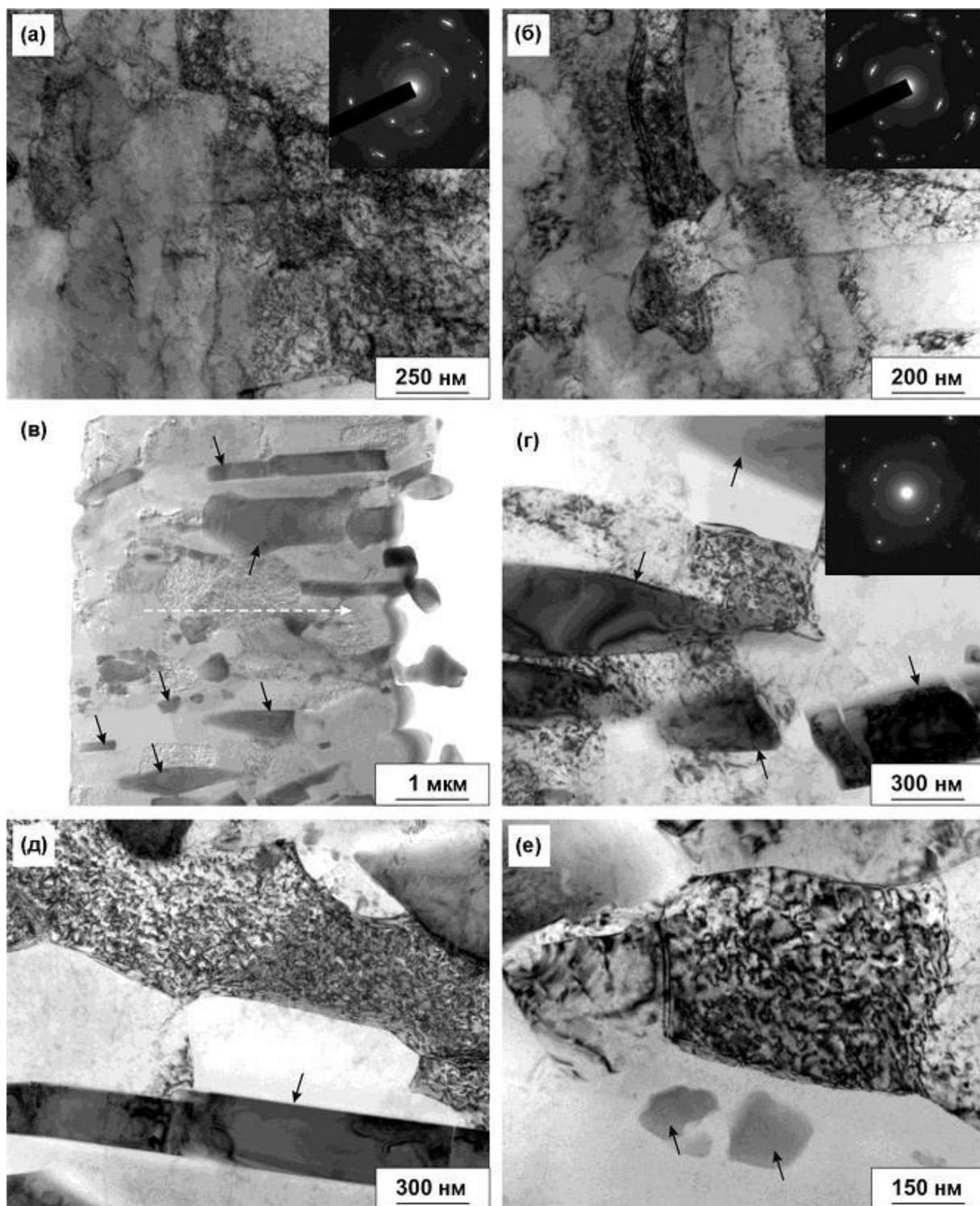


Рисунок 36. Микроструктура (а, б) медной оболочки и (в-е) алюминиевого стержня композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» диаметром 2,5 мм (светлопольные изображения ТЭМ). Белой пунктирной стрелкой указано направление центральной оси образца, черными стрелками указаны частицы $Al_{11}La_3$ [279]

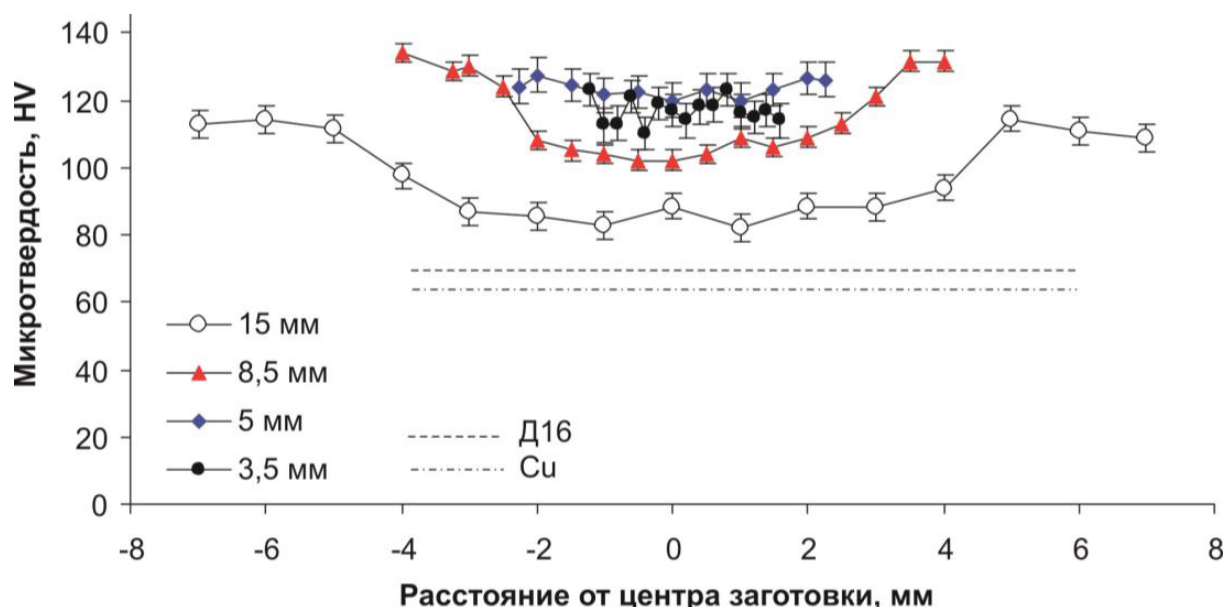
В процессе РК заготовок «медь/алюминиевый сплав Д16» происходит

значительное упрочнение, как медной оболочки, так и алюминиевого стержня (см. рисунок 37 а). При уменьшении диаметра заготовки «медь/алюминиевый сплав Д16» с 20 до 15,2 и 8,5 мм микротвердость алюминиевого стержня последовательно повышается с 69 HV до 88 и 107 HV, а медной оболочки – с 62 HV до 112 и 126 HV. Таким образом, РК создает неоднородное распределение микротвердости в поперечном сечении заготовки – микротвердость медной оболочки выше, чем алюминиевого стержня. При дальнейшем обжати заготовки до 5–2,5 мм микротвердость алюминиевого стержня повышается до 122–131 HV, а медной оболочки не изменяется, т.е. с увеличением степени обжатия однородность распределения значений микротвердости в образце выравнивается [282]. Изменение микротвердости медной оболочки в ходе РК коррелирует с уширением рентгеновских линий.

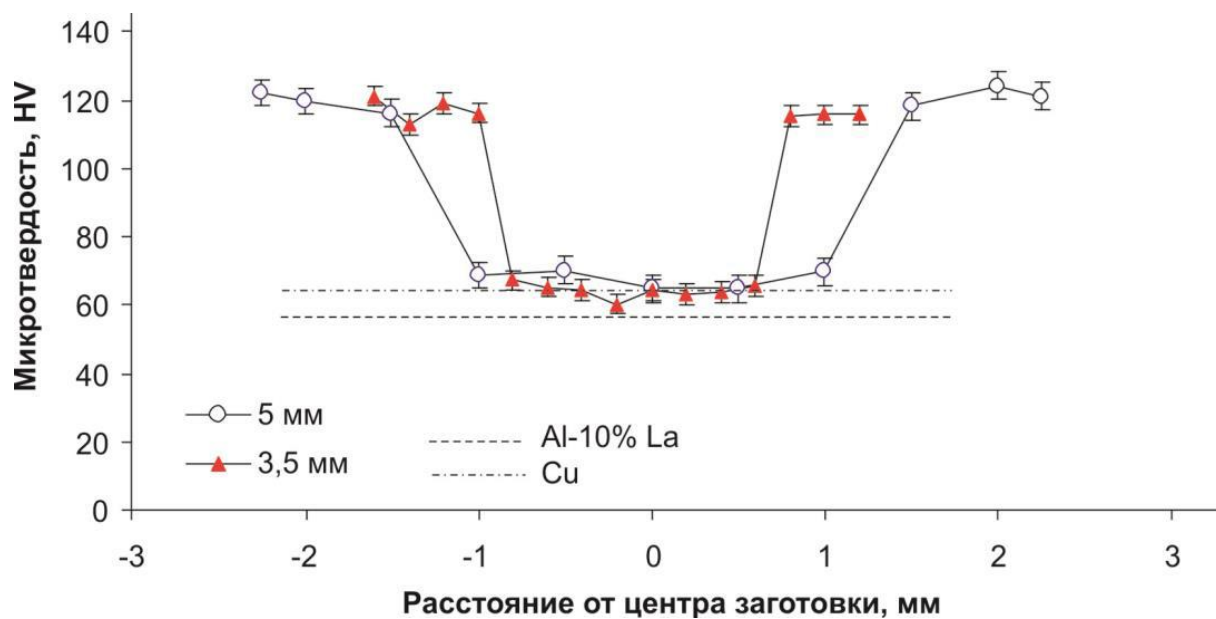
Аналогичным образом изменяется микротвердость медной оболочки и алюминиевого стержня композиционного образца «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» с увеличением степени обжатия. В этом случае при уменьшении диаметра заготовки с 20 до 15,2; 8,5 и 5 мм микротвердость стальных волокон повышается с 258 до 428; 531 и 588 HV, а диаметр волокон уменьшается. Таким образом, уже при начальных степенях обжатия происходит быстрое упрочнение стальных волокон с ГЦК-решеткой из-за наклепа [282].

Напротив, в ходе РК композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» микротвердость медной оболочки значительно увеличивается, в то время как микротвердость алюминиевого стержня повышается слабо (см. рисунок 37 б). Так, при уменьшении диаметра заготовки «медь/алюминиевый сплав Al–La» с 20 до 5 мм микротвердость медной оболочки повышается с 62 до 122 HV (в 2 раза), а микротвердость алюминиевого стержня – с 59 до 70 HV (в 1,2 раза). При дальнейшем уменьшении диаметра заготовки до 3,5 мм микротвердость, как медной оболочки, так и алюминиевого стержня заметно не изменяется, т.е.

сохраняется неоднородное распределение твердости по сечению [279].



а



б

Рисунок 37. Изменение микротвердости в поперечном сечении композиционных образцов (а) «медь/алюминиевый сплав Д16» и (б) «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» с увеличением степени обжатия

Испытания на одноосное растяжение композиционных образцов с общей и расчетной длиной 100 и 30 мм, соответственно, проводили на машине Instron 5569 при комнатной температуре со скоростью растяжения

0,001 с⁻¹ и с использованием видеоэкстензометра. Растяжение проводили с одновременным измерением сигналов акустической эмиссии (АЭ) с использованием модульной измерительной платформы NI PXIe-1082 DC. Сигналы АЭ регистрировали на тактовой частоте 100 МГц со встроенным усилением в 10 раз. Средний уровень технологических шумов аппаратуры составил примерно 10 мВ при динамическом диапазоне сигналов 40 В. Обработку сигналов АЭ и анализ АЭ-диаграмм проводили в среде LabVIEW 2016. Кривые «напряжение-деформация» и диаграммы АЭ совмещали по меткам времени.

РК существенно повышает прочность и уменьшает пластичность композиционных образцов по сравнению с исходными компонентами (см. таблицы 8 и 9). Так, пределы текучести и прочности композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» после РК на диаметр 5 мм составили 355–370 и 390–395 МПа соответственно при относительном удлинении 2–3 %. Дальнейшее уменьшение диаметра обоих композитов до 3,5 и 2,9 мм не приводит к заметному изменению их прочностных свойств, однако вызывает снижение пластичности композита «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16». Таким образом, прочностные свойства композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» после РК с одинаковым обжатием сопоставимы [282].

Пределы текучести и прочности композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» после РК на диаметр 5 мм составили 278–281 и 283–287 МПа соответственно при относительном удлинении 5–7 %. Дальнейшее уменьшение диаметра композиционного образца до 3,5 мм приводит к небольшому уменьшению его прочностных и пластических свойств из-за образования микротрещин в медной оболочке на стадии равномерной пластической деформации. Так, пределы текучести и прочности составили 244–256 и 260–274 МПа соответственно при относительном удлинении около 3 %. Таким образом, композиционные образцы

«медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» после РК на диаметр 5 мм обладают более низкой прочностью, но более высокой пластичностью по сравнению с образцами «медь/алюминиевый сплав Д16» [282].

Таблица 8. Механические свойства композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» их компонентов до и после ротационнойковки

Материал, обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Медь, отжиг	122±4	238±3	28±1
Алюминиевый сплав Д16, отжиг	108±3	220±3	10±1
Композиционный образец «медь/сталь/ сплав Д16» после РК на диаметр 5 мм	355±4	392±4	2,9±0,2
Композиционный образец «медь/сталь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,9 мм	365±4	370±4	0,4±0,2
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 5 мм	370±4	395±4	2,1±0,2
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 3,5 мм	375±3	388±3	1,8±0,2
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,9 мм	365±4	370±3	2,8±0,3
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,5 мм	350±4	375±3	2,8±0,3
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,5 мм + отжиг при 180 °С, 2 ч	318±7	364±4	3,0±0,3
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,5 мм + отжиг при 240 °С, 2 ч	304±9	326±4	3,2±0,1
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,5 мм + отжиг при 300 °С, 2 ч	211±2	259±7	11,9±0,3

Таблица 9. Механические свойства композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» и их компонентов до и после ротационнойковки и последующего отжига

Материал, обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Сплав Al–10 % La, литой	113±2	173±3	22,0±1,0
Композиционный образец, РК на диаметр 5 мм	279±1	285±1	6,1±1,2
Композиционный образец, РК на диаметр 5 мм + отжиг при 180 °С	272±2	291±3	4,0±1,0
Композиционный образец, РК на диаметр 5 мм + отжиг при 300 °С	193±2	243±2	10,0±1,4
Композиционный образец, РК на диаметр 3,5 мм	294±4	302±3	3,2±0,3
Композиционный образец, РК на диаметр 2,5 мм	285±3	294±2	2,5±0,3
Композиционный образец, РК на диаметр 2,5 мм + отжиг при 180 °С	297±4	326±4	5,0±0,5
Композиционный образец, РК на диаметр 2,5 мм + отжиг при 300 °С	204±3	261±3	9,0±0,9

Совместный анализ кривых «напряжение-деформация» и сигналов АЭ выявил различия в процессах деформации и разрушения композиционных образцов разных вариантов дизайна (см. рисунок 38). Так, в процессе растяжения образца «медь/алюминиевый сплав Д16» никаких сигналов АЭ выше уровня шума не наблюдалось вплоть до стадии сосредоточенной пластической деформации. Сигнал АЭ большой амплитуды (18–20 В), зафиксированный на стадии сосредоточенной деформации незадолго до окончательного разрушения образца, связан с образованием трещины в алюминиевом стержне. При этом образование такой трещины не привело к окончательному разрушению образца, и деформация образца продолжалась в отсутствии сигналов АЭ большой амплитуды. Окончательное разрушение образца сопровождалось сигналом АЭ большой амплитуды (30–32 В).

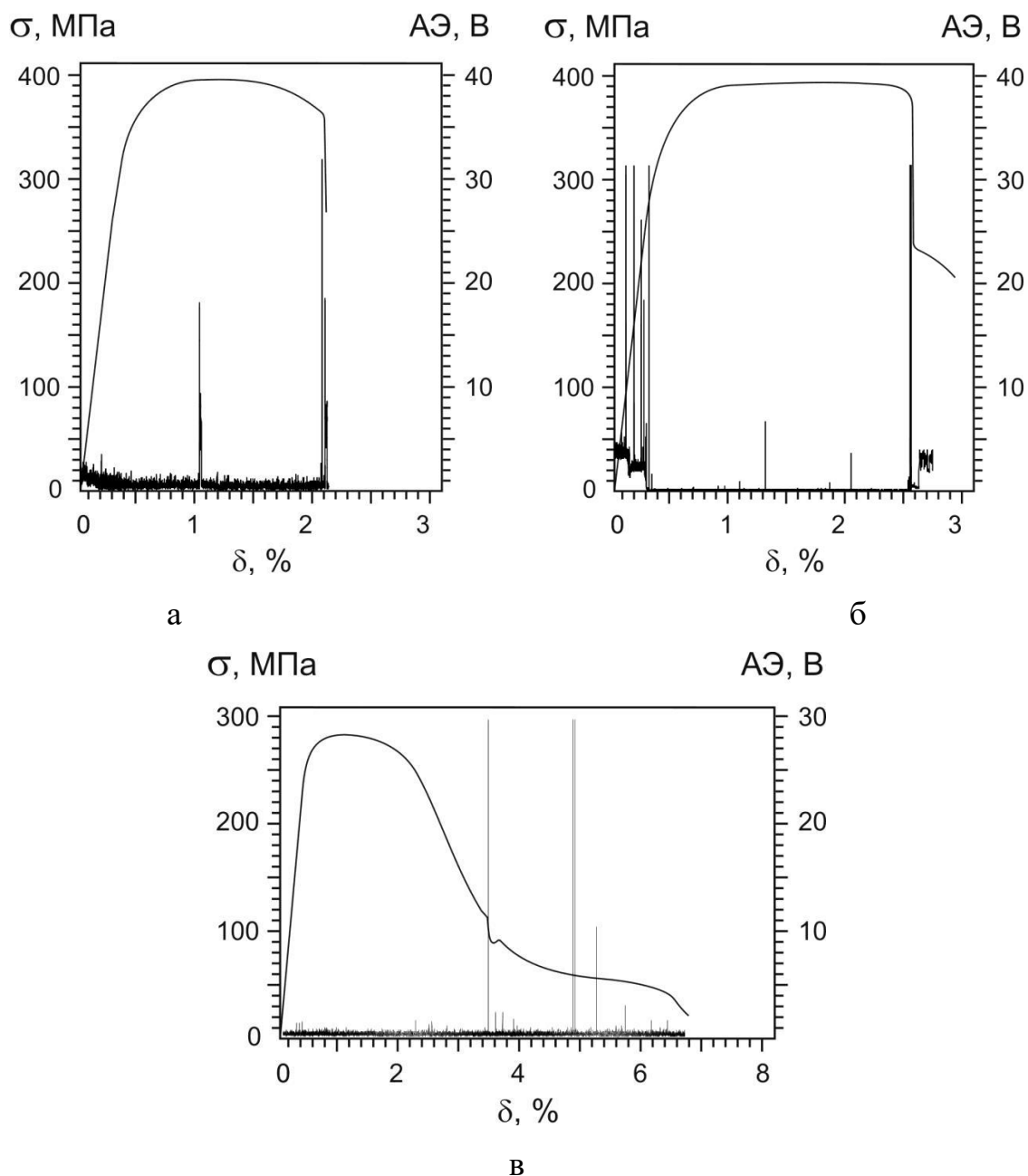


Рисунок 38. Совмещенные кривые «напряжение-деформация» и диаграммы АЭ композиционных образцов после ротационной ковки на диаметр 5 мм: а – «медь/алюминиевый сплав Д16»; б – «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16»; в – «медь/алюминиевый сплав Al-10 % La» [279, 281]

В процессе растяжения образца «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» сигналы АЭ большой амплитуды (20–30 В), наблюдаемые на стадии равномерной пластической деформации, связаны с разрушением стальных волокон. Дальнейшая деформация образца, вплоть до спада нагрузки на кривой деформации, проходит в отсутствии сигналов АЭ большой

амплитуды, что свидетельствует об отсутствии процесса трещинообразования. Сигнал АЭ амплитудой 5–7 В, наблюдаемый в момент спада нагрузки на кривой деформации, связан с образованием трещины в алюминиевом стержне. Следующий сигнал АЭ амплитудой 3–5 В, сопровождающий резкий спад нагрузки на кривой деформации, связан с разрушением алюминиевого стержня внутри медной оболочки. При этом разрушение алюминиевого стержня не привело к окончательному разрушению композиционного образца, и его деформация продолжалась за счет деформации медной оболочки в отсутствии сигналов АЭ большой амплитуды. Окончательное разрушение образца сопровождалось сигналом АЭ большой амплитуды (30–32 В).

Нагружение образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La», как на стадии упругой, так и на стадии равномерной пластической деформации, проходило в отсутствии сигналов АЭ большой амплитуды», также как и образца «медь/алюминиевый сплав Д16». Сигналы АЭ большой амплитуды (28–30 В) и сопровождающие их сигналы меньшей амплитуды (2–12 В) наблюдались только на стадии развитой сосредоточенной деформации. Эти сигналы связаны с образованием и накоплением трещин в медной оболочке и ее последующим разрушением. При этом деформация образца продолжалась за счет деформации алюминиевого стержня.

Низкая пластичность композиционных образцов связана с преждевременным образованием трещин из-за их неоднородной структуры, которая не обеспечивает возможность аккомодации. Повышение аккомодационной структуры в таких материалах возможно только отжигом, способствующим снижению плотности дислокаций и уменьшению концентрации напряжений в структуре.

Установлено, что отжиг в интервале температур 180–300 °С оказывает различное влияние на изменение микротвердости композиционных образцов разного состава. Так отжиг образца «медь/алюминиевый сплав Д16» при температурах 180 и 240 °С не изменяет микротвердость медной оболочки;

повышение температуры отжига до 300 °С приводит к снижению значений микротвердости медной оболочки с 125–135 HV до 110–120 HV независимо от величины обжата заготовки. В то же время после отжига при температуре 180 °С микротвердость алюминиевого стержня снижается слабо и остается на уровне 110–120 HV. Повышение температуры отжига до 240 и 300 °С приводит к монотонному снижению микротвердости алюминиевого стержня до 100 и 80 HV, соответственно. Характер изменения микротвердости с повышением температуры отжига одинаков для композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» и не зависит от величины обжата.

Отжиг композиционного образца «медь/алюминиевый сплав А1–10 % La» с разным диаметром – 5 и 2,5 мм в интервале температур 180–300 °С не изменяет микротвердость алюминиевого стержня. В то же время отжиг при температуре 180 °С вызывает незначительное повышение значений микротвердости медной оболочки до ~130 HV в композиционных образцах обоих диаметров, а отжиг при температуре 300 °С вызывает резкое снижение микротвердости медной оболочки до 100–110 HV в композиционном образце диаметром 5 мм и до 80–100 HV в композиционном образце диаметром 2,5 мм.

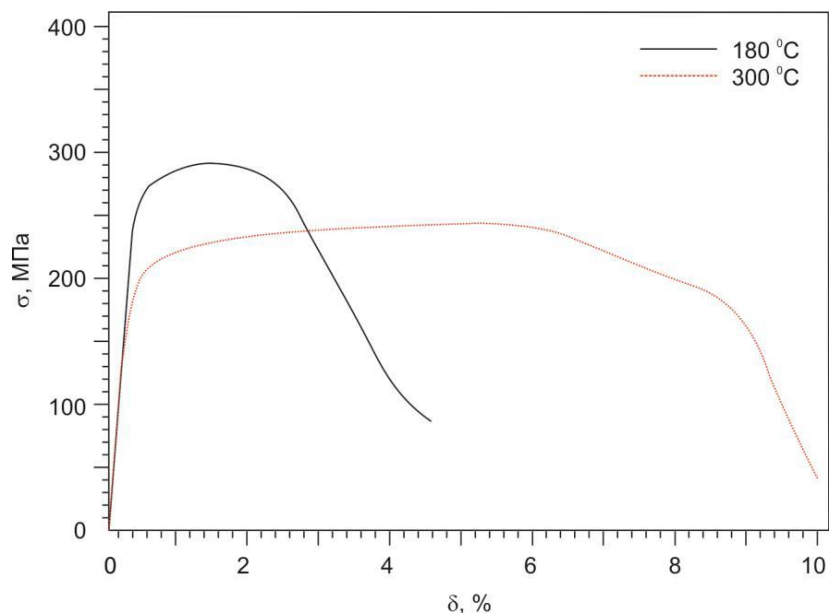
Повышение температуры отжига с 180 до 300 °С приводит к монотонному снижению прочности композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» диаметром 2,5 мм при растяжении (см. таблицу 8). Отжиг при 180 °С значимо не влияет на предел прочности композиционного образца, но снижает (на 9 %) его предел текучести. С повышением температуры отжига с 180 до 300 °С предел текучести образцов последовательно снижается до 211 ± 2 МПа (до отжига – 350 ± 4 МПа). После отжига при температуре 300 °С предел текучести и прочности образцов ниже в 1,7 и 1,4 раза, соответственно, по сравнению с состоянием до отжига. Относительное удлинение композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» диаметром 2,5 мм не изменяется после отжига при температурах

180–240 °С и остается на уровне 3 %, но увеличивается до 12 % после отжига при температуре 300 °С.

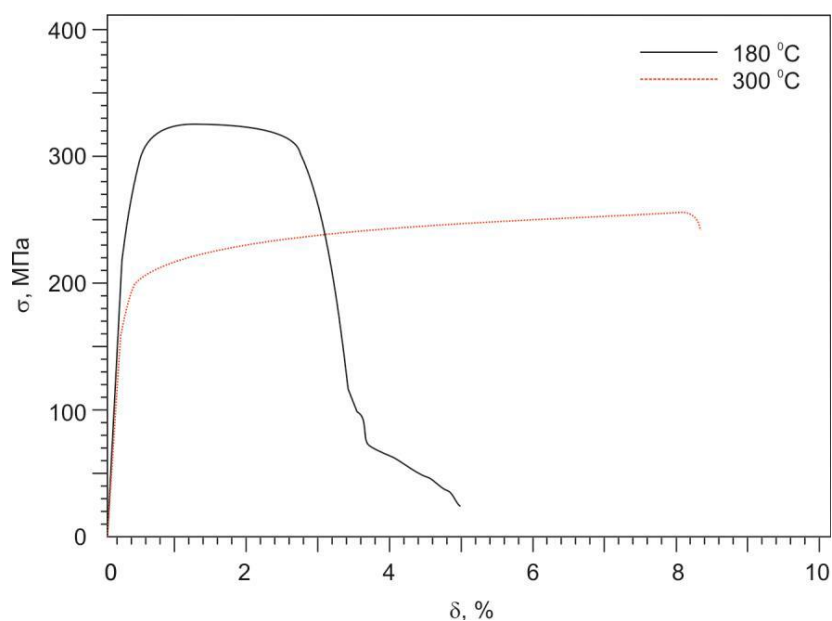
Изменение механических свойств при растяжении композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» после отжига в интервале температур 180–300 °С хорошо коррелирует с изменением микротвердости (см. таблицу 9). Отжиг при температуре 180 °С не приводит к значительному изменению прочностных свойств композиционного образца диаметром 5 мм. Напротив, отжиг при температуре 300 °С приводит к снижению предела текучести (на 30 % по сравнению с неотожженным состоянием) и предела прочности (на 15 % по сравнению с неотожженным состоянием) и к повышению значения относительного удлинения до 10 %. Тем не менее предел текучести композиционных образцов после отжига при 300 °С в 1,6–1,7 раза выше по сравнению с пределом текучести его компонентов в исходном состоянии (доковки); а предел прочности сопоставим с пределом прочности отожженной меди, но в 1,4 раза выше по сравнению с пределом прочности литого сплава Al–10 % La. Отжиг при 180 °С приводит к некоторому повышению прочностных свойств композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» диаметром 2,5 мм – предела текучести на 4 % и предела прочности на 11 %, при этом относительное удлинение также повышается до 5 % (в 2 раза). Отжиг при температуре 300 °С приводит к снижению предела текучести (на 28 % по сравнению с неотожженным состоянием) и предела прочности (на 11 %) и к повышению значения относительного удлинения до 9 %. Таким образом механические свойства композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» диаметром 5 и 2,5 мм после отжига при температуре 300 °С сопоставимы. Кроме этого отжиг при 300 °С изменяет форму кривых «напряжение-деформация», а именно многократно увеличивает протяженность области равномерной пластической деформации (рисунок 39).

Отжиг композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» в интервале температур 180–300 °С

не приводит к видимым изменениям в макроструктуре, однако на рентгенограмме отмечается уменьшение ширины дифракционных линий меди с повышением температуры отжига (рисунок 40).



а



б

Рисунок 39. Кривые «напряжение-деформация» композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» после ротационнойковки (а) до диаметра 5 мм ($e = 2,77$) и (б) до диаметра 2,5 мм ($e = 4,16$) и последующего отжига при различных температурах [279]

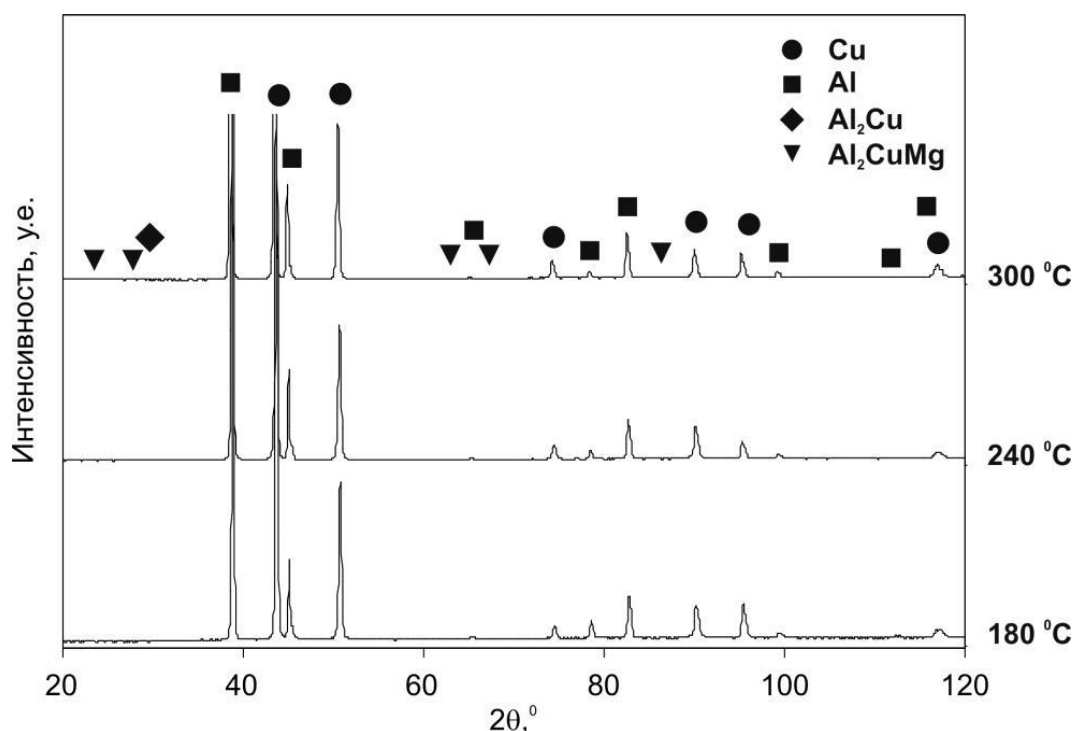


Рисунок 40. Рентгенограммы компонентов образца «медь/алюминиевый сплав Д16» диаметром 5 мм после ротационнойковки в зависимости от температуры последующего отжига

Совместный анализ кривых «напряжение-деформация» и сигналов АЭ выявил различия в процессах деформации и разрушения композиционных образцов разного варианта дизайна в зависимости от величины обжатия и температуры последующего отжига.

На диаграммах АЭ композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» диаметром 2,5 мм после отжига при температуре 180 °С никаких сигналов АЭ выше уровня шума не наблюдалось, кроме единственного сигнала большой амплитуды, соответствующего моменту окончательного разрушения образца. Деформация композиционных образцов медь/алюминиевый сплав Д16» диаметром 2,5 мм после отжига при температурах 240 и 300 °С происходила в отсутствие сигналов АЭ либо наблюдался сигнал АЭ малой амплитуды в момент окончательного разрушения образца.

Отжиг композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Al–10 %

La» диаметров 5 и 2,5 мм при 180 и 300 °C не изменил характер АЭ при растяжении.

Удельное электрическое сопротивление композиционных образцов измеряли с использованием цифрового миллиомметра GOM-802 (GP+RS) по методике, указанной в ГОСТ 7229-76.

Удельная электрическая проводимость композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» послековки на диаметр 5 мм составляет 73,6 % от удельной электрической проводимости чистой меди в отожженном состоянии и в ~2,3 раза превышает удельную электрическую проводимость алюминиевого сплава Д16 в отожженном состоянии (см. таблицу 10).

С увеличением обжатия композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» до диаметра 3,5 и 2,5 мм удельная электрическая проводимость уменьшается мало, соответственно, до 68,7 и 67 % от удельной электрической проводимости меди в отожженном состоянии. Таким образом, значение удельной электрической проводимости композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Д16» находится между значениями удельной электрической проводимости отожженных чистой меди и алюминиевого сплава Д16 [278].

Наличие стальных волокон между оболочкой и стержнем в композиционном образце ухудшает удельную электрическую проводимость: так в композиционном образце «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» диаметром 3,5 мм удельная электрическая проводимость снижается до 48,5 % от удельной электрической проводимости меди в отожженном состоянии. Однако с уменьшением обжатия композиционного образца до диаметра 2,5 мм удельная электрическая проводимость резко повышается до 65 % от удельной электрической проводимости меди в отожженном состоянии. Это связано с утонением и последующим обрывом стальных волокон в процессе обжатия композиционного образца с диаметра 3,5 мм на диаметр 2,5 мм; в результате непрерывные волокна трансформируются в дискретные, тем самым, оказывая меньшее отрицательное влияние на электрическую

проводимость [278].

Таблица 10. Результаты измерения электрического сопротивления композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав» [278, 279]

Материал, обработка	УЭС, нОмХм	УЭП, МСм/м
Сu, отжиг	17,24	58,00
Алюминиевый сплав Д16, отжиг	54,00	18,52
Сплав Al–10 % La, литой	32,03	31,22
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 5 мм	23,41	42,70
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 3,5 мм	25,10	39,84
Композиционный образец «медь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,5 мм	25,71	38,89
Композиционный образец «медь/сталь/сплав Д16» после РК на диаметр 3,5 мм	35,57	28,11
Композиционный образец «медь/сталь/сплав Д16» после РК на диаметр 2,5 мм	26,28	38,05
Композиционный образец «медь/сплав Al–10 % La» после РК на диаметр 2,5 мм	23,75	42,10

Удельная электрическая проводимость композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» послековки на диаметр 2,5 мм составляет 72,6 % от удельной электрической проводимости меди в отожженном состоянии и в 1,3 раз превышает удельную электрическую проводимость литого сплава Al–10 % La. Таким образом, значение удельной электрической проводимости композиционного образца «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» находится между значениями удельной электрической проводимости чистой отожженной меди и литого сплава Al–10 % La» [279].

Наблюдаемая эволюция микроструктуры композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» в ходе РК объясняется большими сдвиговыми деформациями в поверхностных слоях обрабатываемой заготовки, которые возникают в момент соприкосновения бойка ротационно-ковочной машины с поверхностью вращающейся заготовки, в то время как в центре образца будет велика составляющая радиальной деформации. Из-за больших сдвиговых деформаций в поверхностных слоях обрабатываемой заготовки изменения структуры в оболочке композитов при увеличении обжатия более выражены, чем в стержне композита.

Полученные результаты показывают следующую последовательность структурообразования в компонентах композитов медь/алюминиевый сплав в ходе РК: при малых обжатиях ($e \sim 1,7$) в медной оболочке композиционных образцов медь/алюминиевый сплав происходит измельчение зерна в медной оболочке за счет образования двойников и фрагментации исходных крупных зерен. С увеличением обжатия ($e \sim 2,8$) в медной оболочке существенно увеличивается плотность дислокаций, формируется ячеистая структура, далее границы ячеек трансформируются в субзерна. При больших обжатиях ($e \sim 3,6$ и выше) субзерна в медной оболочке занимают преимущественно весь объем. В результате пересечения субзерен в структуре формируются наноразмерные (0,15–0,4 мкм) кристаллиты с формой близкой к равноосной. При этом в композиционном образце «медь/алюминиевый сплав Д16» субзерна вытягиваются вдоль центральной оси заготовки, в то время как в композиционной образце «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» вытягивания субзерен не наблюдается. Это может быть связано с разным уровнем напряжений в оболочках композиционных образцов со стержнем из более пластичного Al–10 % La сплава и менее пластичного сплава Д16. Таким образом в ходе РК структура медной оболочки композиционных образцов медь/алюминиевый сплав трансформируется от ячеисто-субзеренной до нано- и субмикроструктурной зеренно-субзеренной.

Формирование структуры в алюминиевом стержне при малых обжатиях ($\epsilon \sim 2,8$) идет через образование вытянутых субзерен и наноразмерных кристаллитов, кроме того частицы вторых фаз измельчаются и приобретают направленность вдоль центральной оси заготовки. Такая структура сохраняется при увеличении обжатия вплоть до $\epsilon \sim 4,2$.

РК заготовок «медь/алюминиевый сплав Д16»; «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» приводит к значительному упрочнению, как медной оболочки, так и алюминиевого стержня и к появлению неоднородности распределения микротвердости в поперечном сечении образцов, которая выравнивается с увеличением степени обжатия. Максимальные значения микротвердости как медной оболочки, так и алюминиевого стержня послековки выше в 2,0 раза по сравнению с исходным отожженным состоянием. В ходековки также происходит быстрое упрочнение стальных волокон (до 2,7 раз). РК заготовки «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» приводит к повышению микротвердости медной оболочки в 2 раза (что сопоставимо с образцом «медь/алюминиевый сплав Д16»), в то время как микротвердость алюминиевого стержня повышается только в 1,2 раза.

После РК прочность композиционных образцов алюминиевый сплав/медь существенно ($\sim 2\text{--}3$ раза) выше прочности их компонентов, при этом многократно снижается относительное удлинение (не более 3 %). Тем не менее, разрушение образцов происходит после развитой пластической деформации с формированием шейки. Такое изменение комплекса механических свойств является следствием формирования ультрамелкозернистой структуры, повышения плотности дислокаций, измельчения частиц интерметаллидов и их более равномерного распределения в структуре. Наличие стальных волокон не способствует улучшению механических свойств композита. Композиционные образцы «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» после РК обладают более низкой прочностью, но более высокой пластичностью по сравнению с образцами

«медь/алюминиевый сплав Д16». С учетом того, что отжиг не повлиял на макроструктуру и фазовый состав компонентов композита, изменение механических свойств композитов при отжиге связано как с уменьшением плотности дислокаций, так и с увеличением размера кристаллитов.

Еще одно различие композиционных образцов «медь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» заключается в распределении микротвердости (т.е. в характере упрочнения) по сечению: при больших обжатах микротвердость в образце «медь/алюминиевый сплав Д16» распределена равномерно, в то время как в образце «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» имеет место скачкообразное изменение твердости – на границе раздела медь/алюминиевый сплав. В последнем случае структура должна обладать улучшенным сопротивлением росту трещины, что подтверждается экспериментально, а именно большей величиной относительного удлинения. Трещины, зародившиеся в более прочной медной оболочке композита «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La», замедляются либо полностью останавливаются в более пластичном алюминиевом стержне.

Таким образом, показано, что высокие степени сдвиговой деформации, достигаемые при обжатии композиционной медно-алюминиевой заготовки в процессе РК, приводят к измельчению зерна в медной оболочке и алюминиевом сплаве до нано- и субмикронного уровня, измельчению и более равномерному распределению частиц вторых фаз в объеме алюминиевого сплава. После РК прочность композиционных образцов алюминиевый сплав/медь в 2–3 раза выше прочности его компонентов. Относительное удлинение при этом многократно снижается. Требуемый баланс прочности и пластичности (в определенных пределах) композиционных образцов достигается только их отжигом в диапазоне температур 180–300 °С послековки, как результат снижения плотности дислокаций и роста зерна.

По результатам исследований разработана технология получения

высокопрочных и термостойких композиционных проводников «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» (электропроводность свыше 70 % IACS) в виде проволоки диаметром 0,75–0,5 мм для применения в электротехнике и практически реализована с использованием оборудования ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (см. Приложение В).

Проведенные в настоящей работе исследования на сплавах и металлических материалах разных классов показали, что за счет выбора химического состава материала и режимов его деформационной и термической обработки с использованием методов больших пластических деформаций возможно создание структурно-фазовых состояний сплавов, обеспечивающих одновременное многократное повышение прочности и сохранение запаса пластичности за счет релаксации напряжений. Первый подход – это получение нано- и субмикроструктурной структуры чистого металла (или низколегированного раствора) с низкой плотностью внутрикристаллических дефектов, содержащей либо наноразмерные интерметаллидные частицы, либо сегрегации. Это обеспечивается созданием эвтектики с отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего элемента с ее последующей обработкой методом КВД, реализуется на ГЦК-металлах на основе алюминия и потенциально применимо к иным сплавам, например, на основе ОЦК-решетки. Второй подход – это получение субмикроструктурной бимодальной структуры с высокой плотностью дислокаций и благоприятной для деформации ориентировкой, что обеспечивается режимом деформационно-термической обработки с использованием метода РК и реализуется на ГПУ-сплавах циркония; дополнительное присутствие в субмикроструктурной структуре циркониевого сплава малой доли твердой ω -фазы высокого давления обеспечивает максимальную прочность и запас пластичности.

3.5 Выводы к Главе 3

Предложены и реализованы на различных сплавах и композиционных материалах способы достижения баланса прочности и пластичности за счет выбора химического состава материала, режимов его исходной термической обработки и последующей деформационной или деформационно-термической обработки, с использованием методов больших пластических деформаций:

- для двухкомпонентных сплавов систем Al–Ce, Al–La, Al–Ni с композитной эвтектической структурой и отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего компонента многократное увеличение прочности с сохранением высокой пластичности достигается обработкой методами больших пластических деформаций (кручением под высоким давлением), за счет формирования нано- и субмикронных кристаллитов свободных от дефектов и измельчения эвтектических частиц до наноразмера;

- в сплаве Al–4 % Са дополнительно легированном железом и марганцем (около 1 %) с эвтектической структурой, максимальный уровень прочности до 800 МПа при сохранении высокой пластичности – относительного удлинения до 10 % достигается обработкой кручением под высоким давлением за счет измельчения эвтектических частиц до наноуровня с последующей трансформацией большинства из них в сегрегации кальция, обогащения кальцием твердого раствора (Al) и формирования бимодальной нанокристаллической структуры;

- для эвтектических алюминиевых сплавов установлено определяющее влияние типа эвтектических частиц и их кристаллографического соотношения с матрицей на структурообразование и механическое поведение алюминиевых сплавов, что позволяет выбирать системы легирования и создавать наиболее предпочтительные эвтектические структуры в алюминиевых и других сплавах, способные к упрочнению при сохранении пластичности после больших пластических деформаций;

- в циркониевом сплаве Zr–2,5 % Nb (Э125) увеличение прочности в 2,1 раза до 800 МПа с сохранением высокой пластичности (относительное удлинение 14–30 %) обеспечивается ротационной ковкой за счет формирования зеренно-субзеренной ориентированной бимодальной субмикрокристаллической структуры с высокой плотностью дислокаций;

- установлены закономерности структурообразования и выявлены структурные факторы управления балансом прочности и пластичности новых композиционных материалов «оболочка/стержень» на основе меди и алюминиевых сплавов Д16 или Al–La, полученных ротационной ковкой.

Показано, что структурная аккомодация позволяет повышать пластичность сплава за счет увеличения не только равномерной, но и локализованной пластической деформации, обеспечивая продолжительную квазиустойчивую деформацию сплава.

Глава 4. Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости упрочненного состояния

4.1 Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости ультрамелкозернистых алюминиевых сплавов

Актуальной проблемой сохранения высокопрочного состояния при обработке металла холодной деформацией является разупрочнение при нагреве после холодной деформации за счет аннигиляции дислокаций и процессов статической рекристаллизации. В ультрамелкозернистых сплавах, полученных методами больших пластических деформаций, при нагреве происходит переход структурно-фазового состояния в более равновесное, а рост зерна и последующее разупрочнение начинается при еще более низких температурах, чем в крупнозернистом состоянии материала [71]. Поэтому общий подход к созданию деформационных структур, обеспечивающих наряду с высокой прочностью возможность аккомодации, должен включать способы стабилизации (сохранения) таких структур после нагревов до высоких температур [23].

Поскольку термическая устойчивость обычно прямо связана с температурой плавления, то проблема сохранения высокопрочного состояния будет наиболее актуальной для ультрамелкозернистых материалов с низкой температурой плавления, таких как алюминиевые и медные сплавы.

Существуют известные способы повышения термической устойчивости упрочненного состояния сплавов (легирование твердого раствора, замедляющее диффузионные процессы, создание пересыщенного твердого раствора с последующим дисперсионным старением при нагреве и др.), и исследования в этом направлении широко ведутся. Однако эффективность таких способов в основном оценивается по изменению микротвердости сплавов после нагрева, в то время как вопрос сохранения при этом пластичности остается малоизученным [284-286].

В качестве материалов для исследования выбраны алюминиевые, циркониевые сплавы и стали, упрочненные методами больших пластических (см. главы 2 и 3).

В настоящей работе был проведен анализ термической устойчивости был проведен на сплавах Al–10 % La, Al–10 % Ce, Al–6 % Ni и Al–4 % Ca–0,8 % Mn–(0,5–1,3) % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr после их упрочнения большими пластическими деформациями по ранее описанной методике (см. главу 3) [189, 287]. Для сравнения использовали сплав Al–8 % Ca.

Установлено, что нагрев всех сплавов после КВД приводит к снижению значений микротвердости, т.е. к разупрочнению, однако термическая устойчивость этих сплавов выше, чем ультрамелкозернистого чистого алюминия. На рисунке 41 приведены кривые изменения значений микротвердости в зависимости от температуры отжига для всех трех подвергнутых КВД алюминиевых сплавов. Видно, что характер кривых изменения микротвердости в зависимости от температуры отжига различается для разных сплавов.

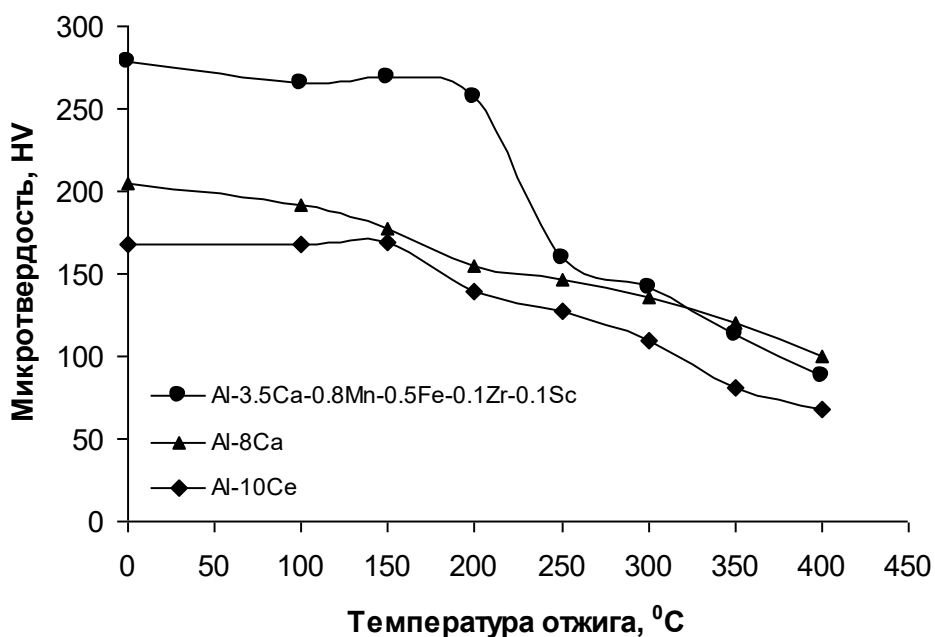


Рисунок 41. Изменение микротвердости алюминиевых сплавов после КВД и отжига [287]

Так, для сплава Al–8 % Ca значения микротвердости после отжига при выдержке 1 час монотонно снижаются, начиная с температуры немного ниже 150 °С. Для сплава Al–10 % Ce значения микротвердости монотонно снижаются при температурах выше 150 °С. Темп снижения значений микротвердости ниже у сплава Al–8 % Ca, по сравнению со сплавом Al–10 % Ce, а именно при повышении температуры отжига на каждые 50 °С значения микротвердости снижаются на 7–11 % и на 9–25 % соответственно.

Для сложнолегированного сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr значения микротвердости после отжига не изменяются вплоть до температуры 200 °С. Повышение температуры отжига до 250 °С приводит к резкому снижению микротвердости до 160 HV (в 1,7 раз). При дальнейшем повышении температуры отжига темп снижения микротвердости сначала замедляется (при 300 °С), затем ускоряется (при 350 °С и выше).

Таким образом, упрочнение сплавов, достигнутое в результате КВД, сохраняется после отжига до температуры ~100 °С (сплав Al–8 % Ca); ~150 °С (сплав Al–10 % Ce) и ~200 °С (сплав Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr).

Для выявления связи между изменением микротвердости алюминиевых сплавов и изменением их микроструктуры были проведены ТЭМ-исследования. Так, после отжига при температуре 200 °С (время выдержки 1 час) в сплаве Al–8 % Ca сохраняется нанокристаллическая структура, однако наблюдается увеличение среднего размера кристаллитов в 1,5 раза – до 49 ± 5 нм (рисунок 42). Анализ светлопольных изображений свидетельствует об уменьшении плотности дислокаций. Границы некоторых зерен трансформируются от изогнутых к преимущественно равноосным. В структуре сплава сохраняются частицы Al_4Ca нанометрового размера. Следовательно, резкое снижение значений микротвердости в этом случае с 205 до 155 HV, то есть на 24 %, можно связать как с уменьшением плотности дислокаций, так и с ростом кристаллитов.

Таким образом, несмотря на самую низкую термическую устойчивость

сплава Al–8 % Ca, для него характерен наиболее медленный темп снижения значений микротвердости при нагреве. Это связано с наличием наноразмерных частиц Al_4Ca , сдерживающих рост зерна и оказывающих дисперсионное упрочнение.

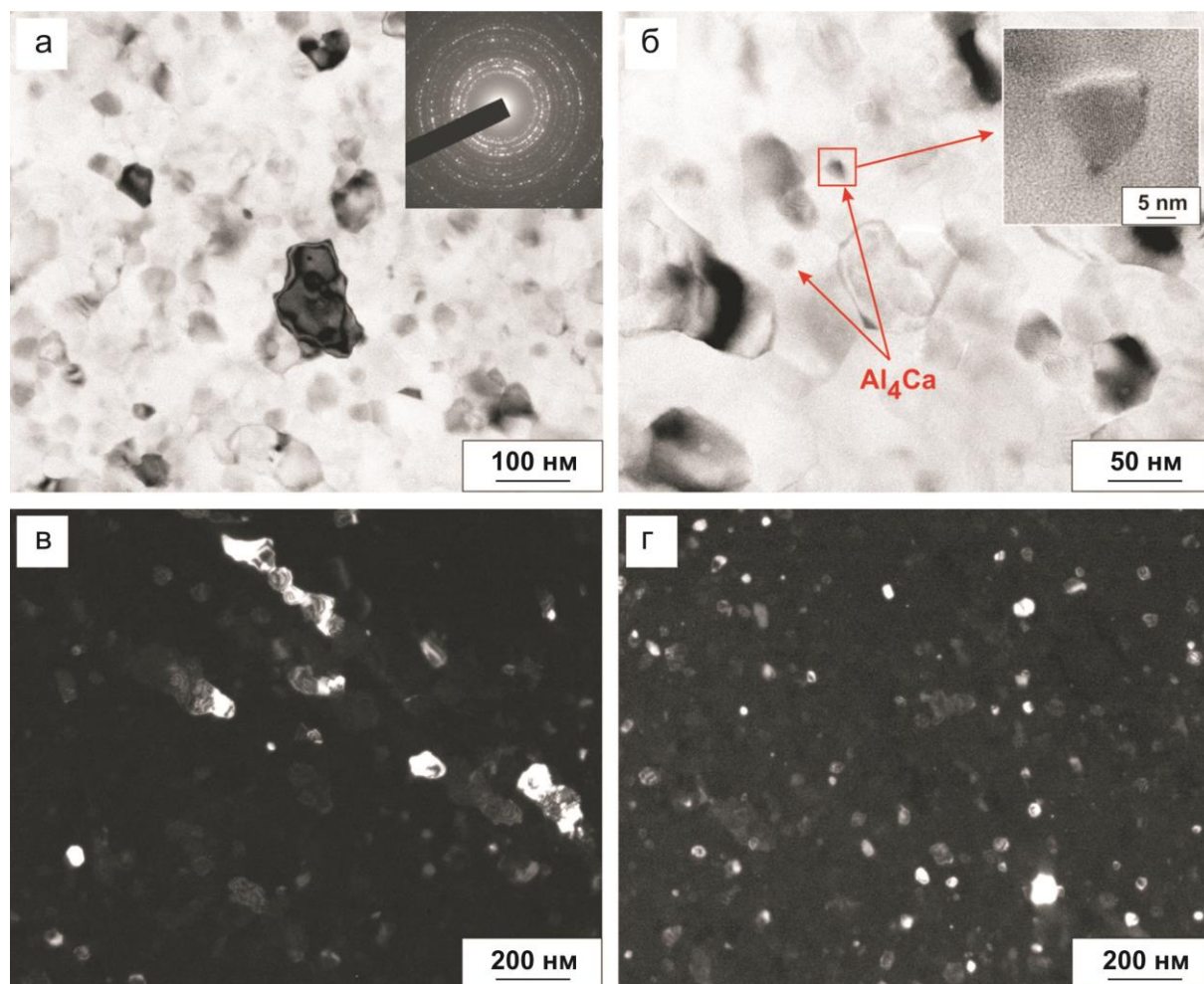


Рисунок 42 – Микроструктура сплава Al–8 % Ca после КВД и нагрева на 200 °С при выдержке 1 час: а, б – светлопольные изображения; в – темнопольное изображение в рефлексах (Al); г – темнопольное изображение в рефлексах Al_4Ca [287]

По данным ТЭМ, после КВД и отжига при 200 °С (время выдержки 1 час) в структуре сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr наблюдается увеличение размера кристаллитов примерно в 2 раза – до 68 ± 3 нм; плотность дислокаций слабо уменьшается (рисунок 43). В то же

время в структуре выделились многочисленные наноразмерные частицы фазы $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ округлой формы размером 40 ± 3 нм. Несмотря на двукратный рост кристаллитов в процессе нагрева, значения микротвердости сплава не снижаются, что связано с сохранением высокого уровня внутренних напряжений и компенсирующим дисперсионным упрочнением выделившимися частицами $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$.

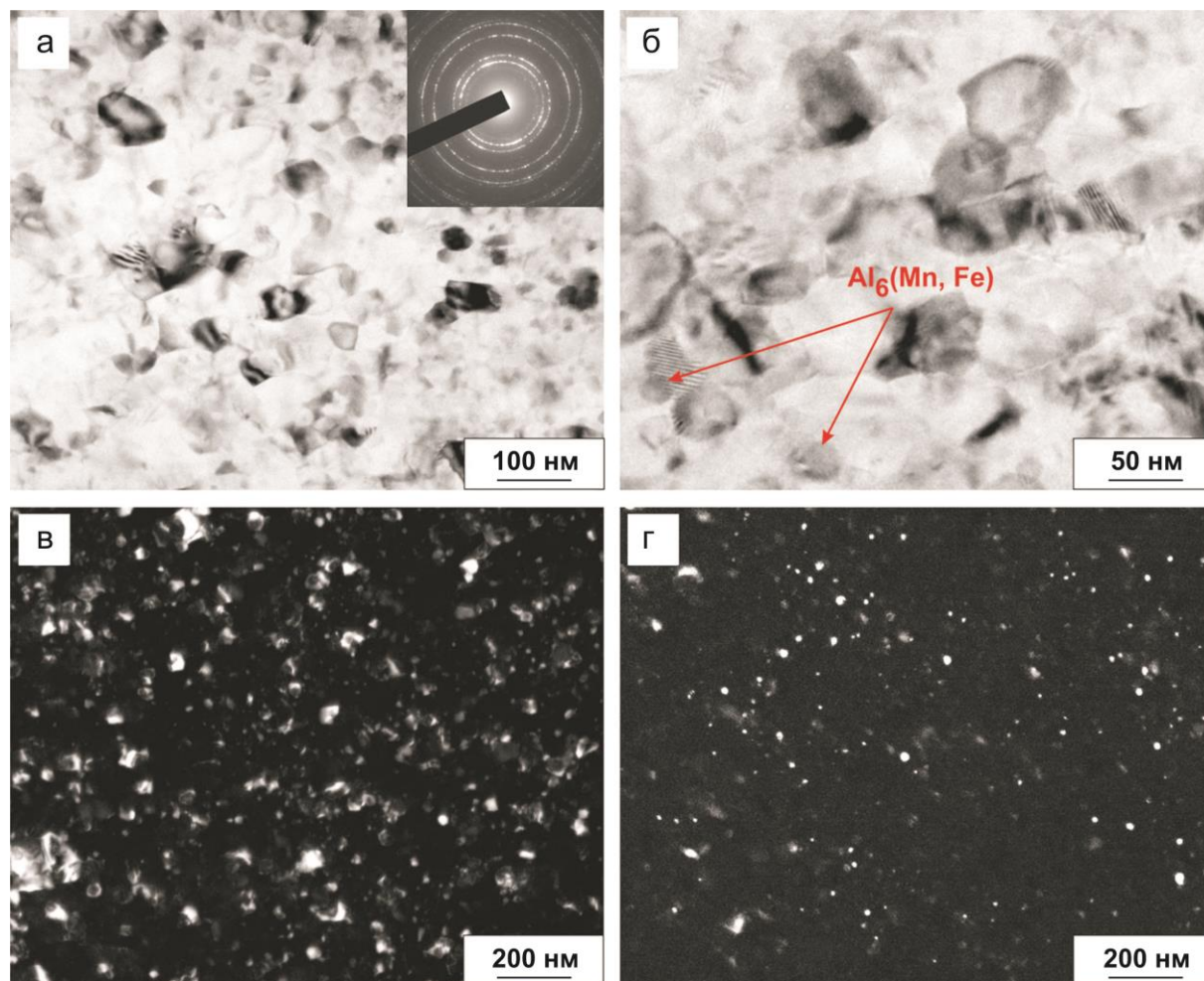


Рисунок 43 – Микроструктура сплава $\text{Al-4 \% Ca-0,8 \% Mn-0,5 \% Fe-0,1 \% Sc-0,1 \% Zr}$ после КВД и отжига при $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ при выдержке 1 час (ТЭМ): а, б – светлопольные изображения; в – темнопольное изображение в рефлексах (Al); г – темнопольное изображение в рефлексах Al_6Mn [287]

Отжиг при $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ (время выдержки 1 час) после КВД вызывает значительный рост зерна в сплаве $\text{Al-4 \% Ca-0,8 \% Mn-0,5 \% Fe-0,1 \% Sc-}$

0,1 % Zr – до 220 ± 3 нм (в 9 раз больше, чем до отжига) и уменьшение плотности дислокаций, что приводит к резкому снижению значений микротвердости (рисунок 44). В структуре сплава преобладают зерна равноосной формы с хорошо видимыми границами; тело зерен однородное, светлое. Это свидетельствует об уменьшении плотности кристаллических дефектов в результате прохождения собирательной рекристаллизации. В структуре сохраняются выделения фазы $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ размером около 40 нм, а также выделяются более мелкие частицы фазы $\text{Al}_3(\text{Zr, Sc})$ размером около 10 нм.

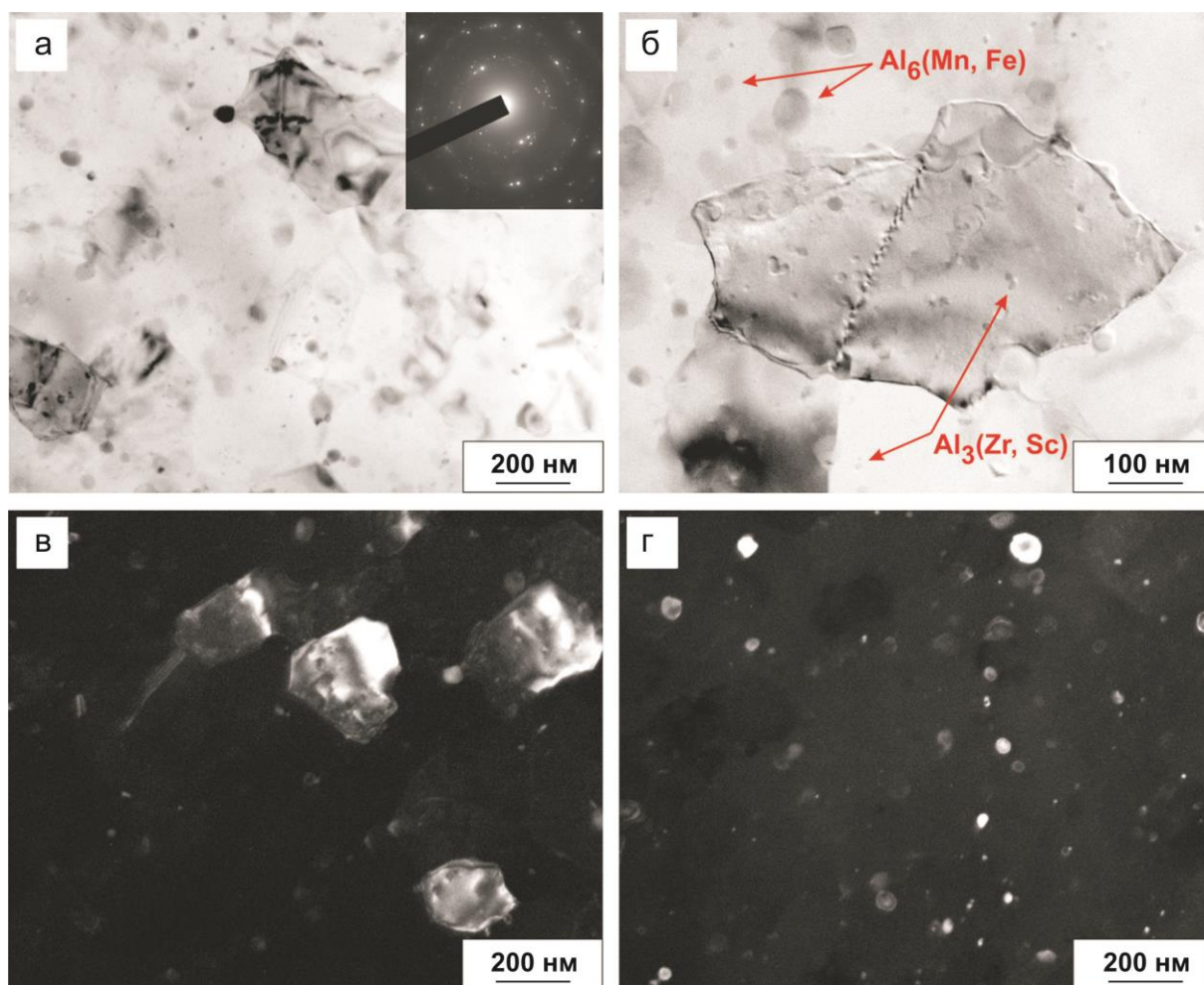


Рисунок 44 – Микроструктура сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr после КВД и отжига при 250 °С при выдержке 1 час (ТЭМ): а, б – светлопольные изображения; в – темнопольное изображение в рефлексах (Al); г – темнопольное изображение в рефлексах Al_6Mn [287]

После отжига при 300 °С (время выдержки 1 час) размер зерна не изменяется (210 ± 6 нм) по сравнению с размером зерна, полученным после отжига при 250 °С (рисунок 45). Это может объясняться наличием в структуре дисперсных частиц $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ и $\text{Al}_3(\text{Zr, Sc})$, препятствующих дальнейшему росту зерна при нагреве. Таким образом, замедление темпа снижения микротвердости сложнолегированного сплава при нагреве в интервале температур 250–300 °С можно связать с выделением частиц $\text{Al}_3(\text{Zr, Sc})$.

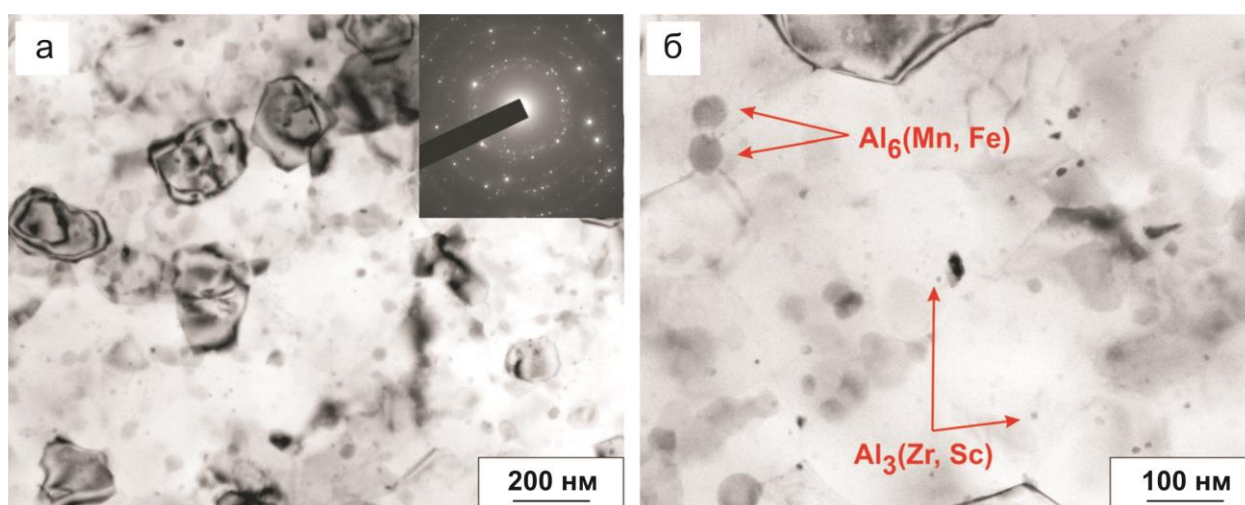


Рисунок 45 – Микроструктура сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr после КВД и отжига при 300 °С при выдержке 1 час: а, б – светлопольные изображения [287]

По данным ТЭМ, после КВД и отжига при 200 °С (время выдержки 1 час) в структуре сплава Al–10 % Се наблюдается значительный рост зерна – до 127 ± 13 нм, т.е. в 1,4 раза, а также еще больше уменьшается плотность дислокаций, что объясняет снижение значений микротвердости (рисунок 46). В структуре сохраняются многочисленные частицы $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ нанометрового диапазона.

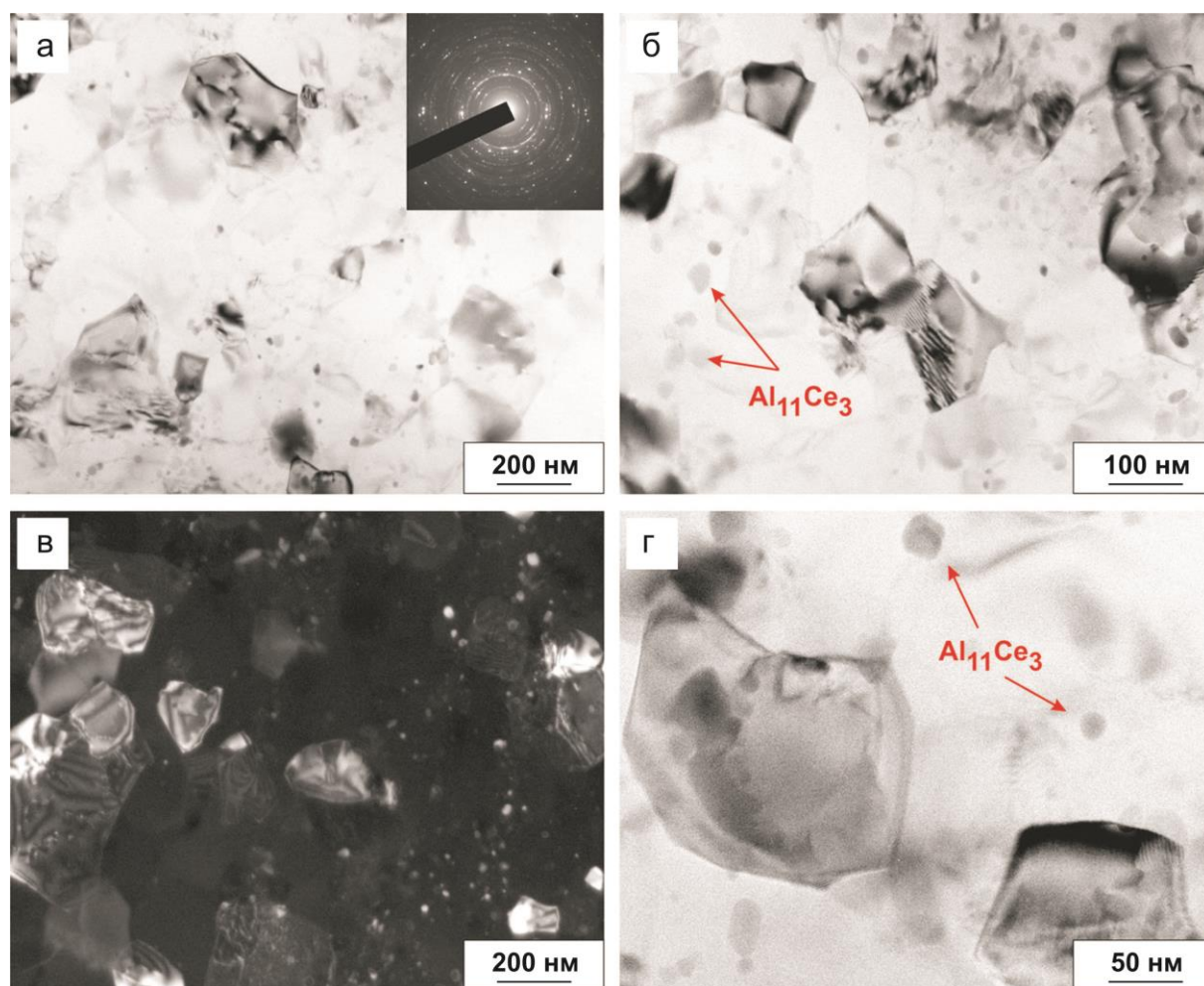


Рисунок 46 – Микроструктура сплава Al–10 % Се после КВД и нагрева на 200 °С при выдержке 1 час (ТЭМ): а, б, г – светлопольные изображения; в – темнопольное изображение в рефлексах (Al) [287]

Прямое сопоставление микроструктуры сплава со значениями микротвердости показало, что при разнице в среднем размере зерна в 2,7 раза между сплавами Al–8 % Са и Al–10 % Се после КВД и отжига при 200 °С их микротвердость различается не так существенно – 155 и 139 HV (на 10 %). При этом в сплаве Al–8 % Са доля фазы $\text{Al}_4\text{Са}$ в ~2 раза больше, чем доля фазы $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ в сплаве Al–10 % Се. Следовательно, доля дисперсионно-упрочняющих наноразмерных частиц в сплаве Al–8 % Са более чем в 2 раза превосходит таковую для сплава Al–10 % Се (т.к. не все частицы фазы $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ измельчились в процессе КВД, в отличие от сплава Al–8 % Са, в котором наблюдается 100 % доля измельченных частиц). Тогда близкий

уровень упрочнения обоих сплавов может объясняться различным влиянием частиц на дисперсионное упрочнение (в частности, частицы $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$ обладают значительно большей твердостью, чем частицы Al_4Ca – 350–450 и 200–260 HV, соответственно) [184, 186].

Таким образом, снижение после отжига значений микротвердости алюминиевых сплавов, подвергнутых КВД, связано с увеличением размера кристаллитов и с релаксацией внутренних напряжений, в то время как наличие или дополнительное выделение наноразмерных частиц интерметаллидных фаз компенсирует разупрочнение за счет сдерживания роста зерна при нагреве и/или дисперсионного упрочнения.

Из анализа полученных в работе результатов следует, что разный темп снижения микротвердости при отжиге алюминиевых сплавов, подвергнутых КВД, связан с разным характером эволюции микроструктуры при нагреве, которая определяется как химическим составом сплава, так и типом структуры, сформированной непосредственно при КВД (до отжига). Так, структура сплава Al–8 % Ca после КВД содержит большую плотность дислокаций и, следовательно, находится в сильно неравновесном состоянии. Поэтому уже при достаточно низких температурах нагрева сплав стремится перейти в более равновесное состояние, что приводит к существенному уменьшению плотности дислокаций и снижению микротвердости (несмотря на то, что размер кристаллитов увеличивается не столь значительно). В сплаве Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr после КВД структура более равновесная, кроме этого, легирование сплава химическими элементами, переходящими в твердый раствор алюминия (Mn, Sc, Zr), затрудняет диффузионные процессы, а наличие сегрегаций кальция и выделение наноразмерных частиц $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$ и $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$ компенсирует разупрочнение. Напротив, в структуре сплава Al–10 % Ce после КВД плотность дислокаций наименьшая, что повышает устойчивость сплава к нагреву. Кроме этого на термическую устойчивость напрямую влияет температура солидуса: 617 °C в системе Al–Ca и 640 °C в системе Al–Ce.

Для проверки сохранения пластичности упрочненного состояния после отжига были проведены испытания образцов алюминиевых сплавов на растяжение. Полученные кривые «напряжение-деформация» приведены на рисунках 19 и 47, а значения механических свойств – в таблице 11.

Таблица 11. Механические свойства эвтектических алюминиевых сплавов после КВД и отжига

Сплав	Температура отжига, °С	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Al–10 % Ce	150	455±6	480±5	16±1
	200	342±5	371±4	22±1
Al–10 % La	150	308±5	326±4	24±1
	200	262±5	285±4	28±1
Al–6 % Ni	150	482±5	527±5	2±0,5
	200	429±5	433±5	0
Al–4 % Ca–0,8 % Mn–0,5 % Fe– 0,1 % Sc–0,1 % Zr	200	612±5	712±5	3,0±0,5
	250	497±4	630±4	1,0±0,5
Al–4 % Ca–0,8 % Mn–1,3 % Fe– 0,1 % Sc–0,1 % Zr	200	652±5	894±5	3,0±0,5
	250	538±4	665±4	7,0±0,5

Отжиг оказал различное влияние на изменение механических свойств алюминиевых сплавов, как прочности, так и пластичности. Таким образом, оценка сохранения упрочненного состояния по измерению микротвердости является малоинформативной в отличие от прямых испытаний образцов на растяжение. Так сплав Al–8 % Ca, несмотря на сохранение высокой твердости до температур 150 °С, имеет нулевую пластичность, как до отжига при температуре 150 °С, так и после отжига.

Отжиг сплава Al–4 % Ca–0,8 % Mn–(0,5–1,3) % Fe–0,1 % Sc–0,1 % Zr при температуре сохранения высокой твердости (200 °С) приводит к дополнительному повышению прочности при растяжении до 700–900 МПа

как результат выделения наноразмерных частиц фазы $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$, однако относительное удлинение снижается из-за соответствующего уменьшения пути свободного пробега дислокаций. Нагрев до температуры 250 °С приводит к снижению, как твердости, так и прочности при растяжении.

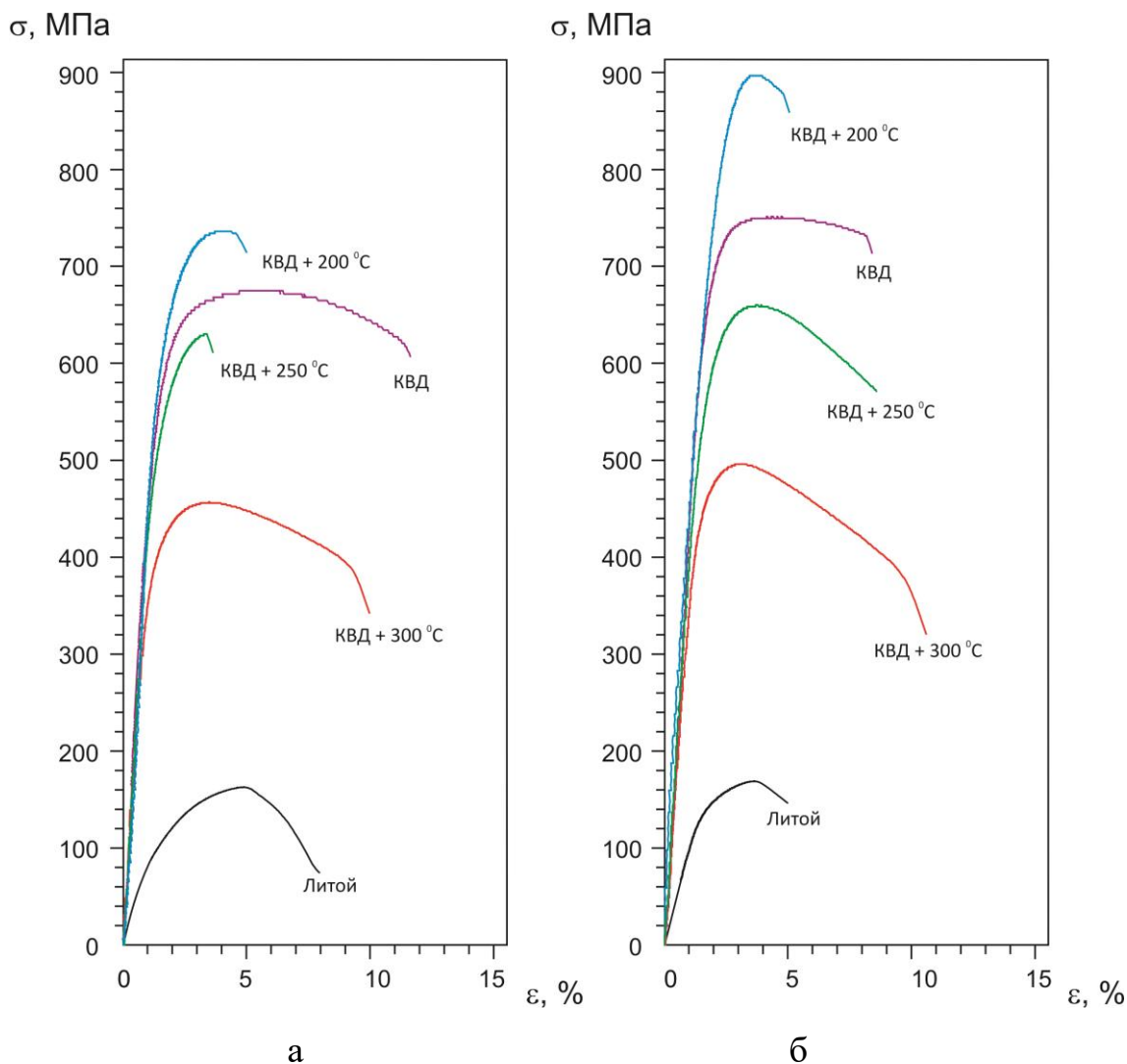


Рисунок 47. Кривые «напряжение-деформация» сплавов (а) Al-4 % Ca-0,8 % Mn-0,5 % Fe-0,1 % Sc-0,1 % Zr и (б) Al-4 % Ca-0,8 % Mn-1,3 % Fe-0,1 % Sc-0,1 % Zr поле КВД и отжига

Для сплавов Al-10 % La и Al-10 % Ce отжиг при температуре сохранения высокой твердости (150 °С) не приводит к существенному изменению механических свойств (прочность снижается на 5–10 %, относительное удлинение не изменяется или немного увеличивается).

Повышение температуры отжига до 200 °С привело к снижению твердости и прочности при растяжении и увеличению относительного удлинения.

Напротив, отжиг сплава Al–6 % Ni уже при температуре 150 °С приводит к снижению прочности на 13–17 % и существенному уменьшению пластичности (относительное удлинение не превышает 2 %). Повышение температуры отжига до 200 °С приводит к снижению прочности на 22–32 % при этом разрушение образца происходит при относительном удлинении близком к нулю. Учитывая, что в сплаве Al–6 % Ni никель не растворяется в твердом растворе алюминия, в т.ч. и в процессе КВД, то дополнительного выделения частиц при отжиге не происходит. В этом случае снижение пластичности сплава при отжиге можно объяснить следующим образом. Отжиг при относительно низкой температуре (150 °С) вызывает частичную аннигиляцию дислокаций и рост кристаллитов, что приводит к появлению в структуре сплава локальных областей свободных от дислокаций, в которых путь пробега дислокации будет резко увеличен. Тогда в процессе деформации растяжением в этих областях произойдет быстрое накопление дислокаций с последующим зарождением микротрещины, что вызовет преждевременное разрушение сколом.

Более высокая термическая устойчивость упрочненного состояния (до 250 °С) была достигнута в новых электротехнических сплавах Al–Cu–Mn за счет легирования, однако из-за создания в них пересыщенного твердого раствора их аккомодационная способность относительно невысокая как до нагрева, так и после [288, 289]. Заметное повышение пластичности в таких сплавах достигается, как улучшением их исходной (до КВД) структурой, так и отжигом при температурах выше их термической устойчивости.

В сплавах системы Al–Ca–Cu в процессе КВД происходит пересыщение медью твердого раствора (Al) [290]. С учетом большой разницы в размерах атомов Cu и Al, это приводит к накоплению высокой плотности дислокаций в кристаллитах и сильному охрупчиванию матрицы. Улучшение аккомодационной способности в таких сплавах возможно только

при нагреве до температур выше термической устойчивости упрочненного состояния. КВД и отжиг при температуре 400 °С позволяют достичь хорошего баланса прочности и пластичности сплава: пределы текучести и прочности сплава составляют 334 и 345 МПа соответственно, что в 2 раза выше по сравнению с характеристиками литого сплава, при относительном удлинении 3–5 %. Низкие значения относительного удлинения связаны с наличием в структуре сплава крупных неизмельченных эвтектических частиц, являющихся концентраторами напряжений. Такая неоднородность структуры не устраняется отжигом, что ограничивает предел улучшения аккомодационной способности сплава.

Проведенные в работе исследования показали, что способная к аккомодации термически устойчивая высокопрочная ультрамелкозернистая структура полностью или частично сохраняет аккомодационную способность и после нагрева (отжига). Сплавы систем Al–Ce, Al–La и Al–Ni, упрочненные методом КВД (см. главу 3), обладают повышенной термической устойчивостью (до 150 °С) по сравнению с чистым алюминием благодаря наличию в структуре многочисленных мелких частиц эвтектических фаз, сдерживающих рост зерна при нагреве. Аккомодационная способность их структуры полностью (в сплавах Al–Ce и Al–La) или частично (в сплаве Al–Ni) сохраняется. Напротив, сплавы системы Al–Ca–Mn–Fe после КВД почти не содержат в структуре эвтектических частиц. Тем не менее их упрочненное состояние сохраняется при нагреве до 200 °С за счет замедления диффузионных процессов в результате обогащения твердого раствора марганцем и выделения при нагреве наноразмерных частиц $Al_6(Mn, Fe)$, сдерживающих рост зерна. Это дополнительно повышает прочность (до 900 МПа), но снижает пластичность.

4.2 Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости ультрамелкозернистых сталей

В работе был проведен анализ термической устойчивости объемно-азотированной стали 08X17T, дополнительно упрочненной методом КВД [291]. Материалом для исследования служили полосы стали 08X17T, подвергнутые объемному азотированию с отпуском, с последующим КВД. Процесс азотирования проводили на образцах стали в рекристаллизованном состоянии (размер зерна 25 ± 4 мкм), вырезанных из листа толщиной 0,5 мм, в чистом азоте при температуре 1000–1100 °С (выдержка 4 ч, охлаждение на воздухе). Массовая доля азота в образцах после азотирования составила 0,8 %. После азотирования проводили отпуск при 700 °С (в вакууме, выдержка 5 ч) с целью гомогенизации азота по сечению образца. Для сравнения использовали образцы стали 08X17T в рекристаллизованном состоянии (без азотирования).

Высокотемпературное объемное азотирование с последующим отжигом привело к формированию по всему сечению образца структуры азотистого феррита, выделению частиц второй фазы типа Cr_2N и существенному упрочнению (микротвердость образца составила 320 ± 8 НВ). Таким образом, перед КВД сталь обладала повышенной твердостью. Ориентировка пластин нитридов сохранялась в пределах одного зерна феррита и изменялась от одного зерна к другому. Средний размер зерна после азотирования (до КВД) составил 7 ± 1 мкм (рисунок 13 и).

Микротвердость в плоскости сечения дискообразного образца азотированной стали после КВД, перпендикулярной его оси, неоднородна: она минимальна в центре и максимальна на краях образца (рисунок 48). Для стали в исходно рекристаллизованном состоянии наблюдается равномерное распределение микротвердости после КВД, что связано с большей деформационной способностью неазотированной стали. Например, в работе [232] наблюдали выравнивание микротвердости по поверхности образца

сплава Zr–1 % Nb при повышении температуры КВД с комнатной до 200 °С, что, очевидно, также связано с повышением деформационной способности сплава при повышении температуры деформации.

В дальнейшем микротвердость для сравнения измеряли на середине радиуса образцов, там же изучали структуру методом ТЭМ. Микротвердость азотированной стали после КВД повышается с 320 ± 8 HV до 860 ± 20 HV, т.е. в 2,7 раз. Микротвердость стали в исходно рекристаллизованном состоянии после КВД повышается с 180 ± 5 до 578 ± 10 HV, т.е. в 3,2 раза, что в 1,5 раза ниже, чем для стали в азотированном состоянии после КВД.

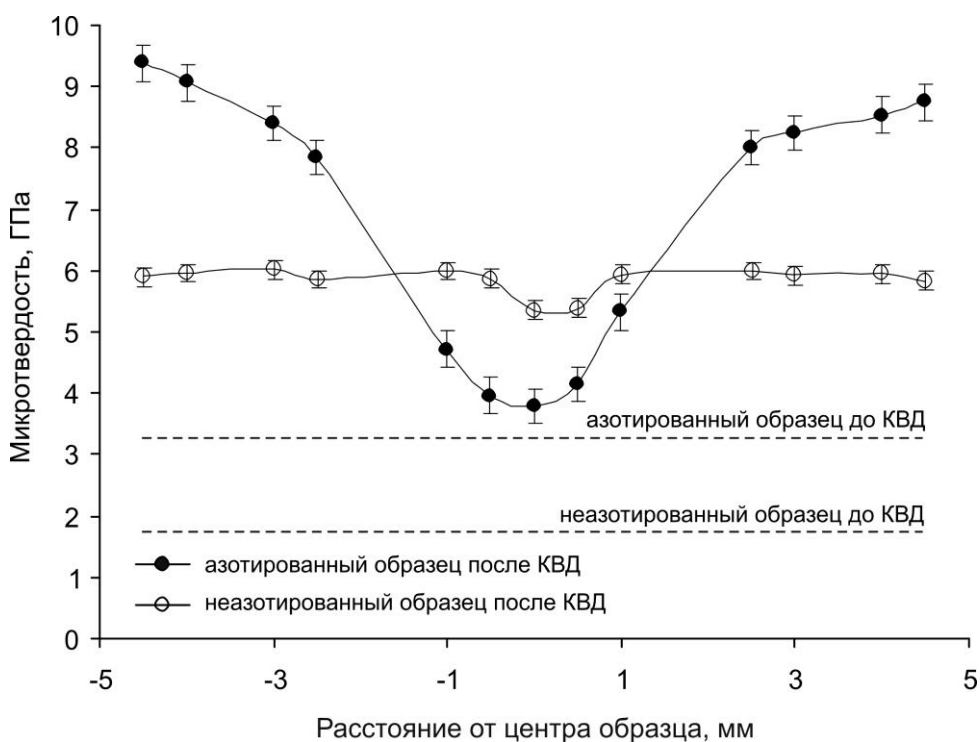


Рисунок 48. Распределение микротвердости по поверхности образцов стали 08X17T после КВД в зависимости от содержания азота [291]

КВД азотированных образцов приводит к формированию однородной нано- и субмикроструктуры с размером кристаллитов 25–180 нм и высокой плотностью дислокаций, о чем свидетельствует искажение границ ккристаллитов и характерный темный контраст на изображении (рисунок 49 а, б). Средний размер кристаллитов после КВД составил 55 ± 10 нм.

Структура имеет ориентированный характер, видимо, соответствующий ориентировке пластин нитридов в исходной структуре. В неазотированной стали после КВД средний размер кристаллитов составил 105 ± 10 нм (рисунок 49 в, з).

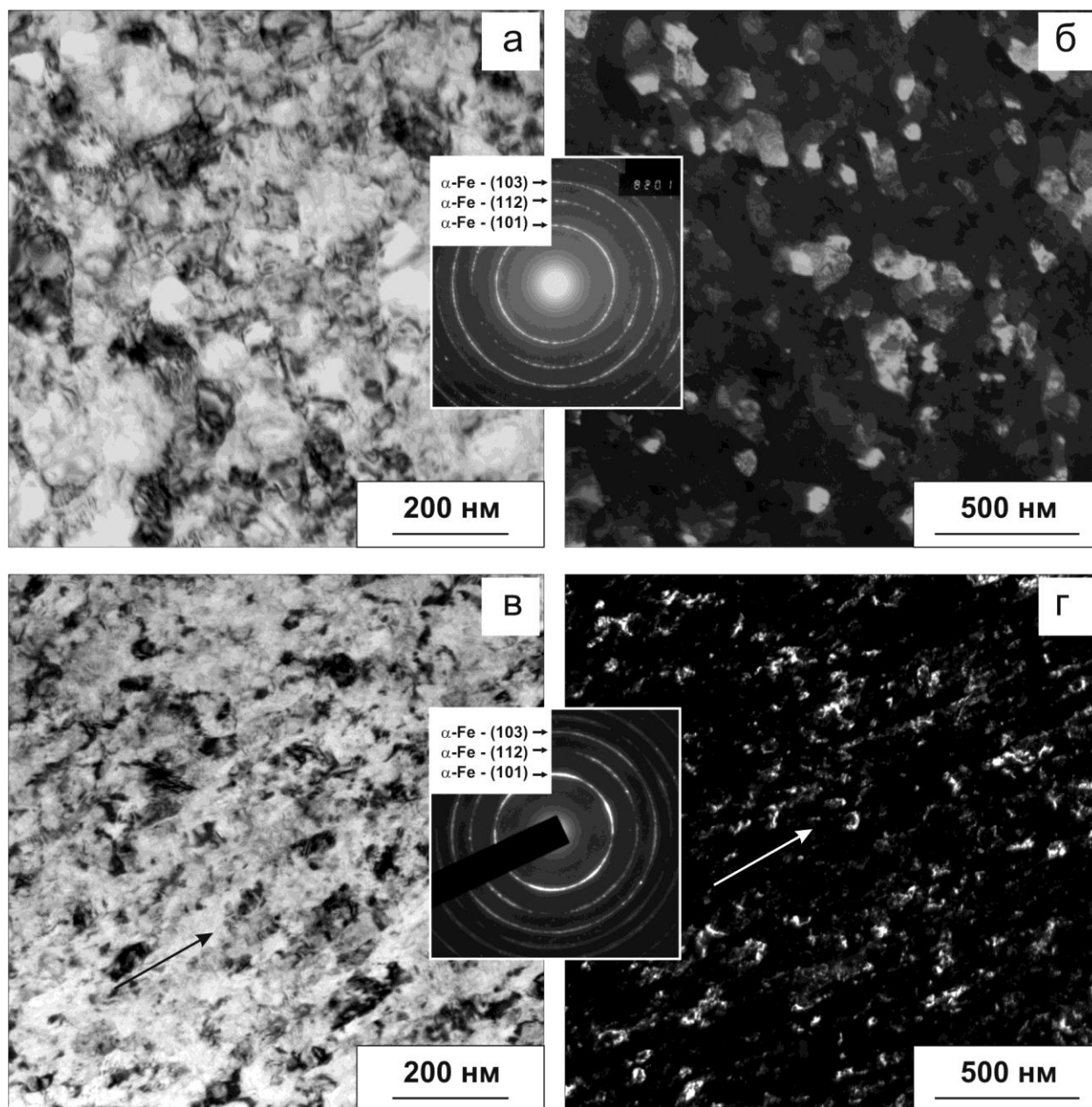


Рисунок 49. Микроструктура (а, б) неазотированной и (в, г) азотированной стали 08X17Т после КВД (ТЭМ): а, в – светлое поле; б, г – темное поле в рефлексах α -Fe. Стрелки указывают направленность структуры [291]

Рентгеновский фазовый анализ выявил в структуре азотированной

стали до КВД α -твердый раствор хрома в железе и нитриды типа Cr_2N с объемной долей 6,1 %. КВД стали приводит к измельчению и частичному растворению фазы Cr_2N (ее объемная доля уменьшается до 3,3 %) и значительному уширению линий, принадлежащих α -Fe фазе. При этом наблюдается увеличение значений микродеформаций, что соответствует значительному повышению плотности дислокаций. Таким образом, повышение микротвердости азотированных образцов после КВД обусловлено существенным измельчением зеренной структуры, обогащением твердого раствора азотом и повышением плотности дислокаций.

Нагрев в интервале температур 100–450 °С (1 час) азотированной стали после КВД приводит к некоторому увеличению микротвердости до 890–930 HV (рисунок 50).

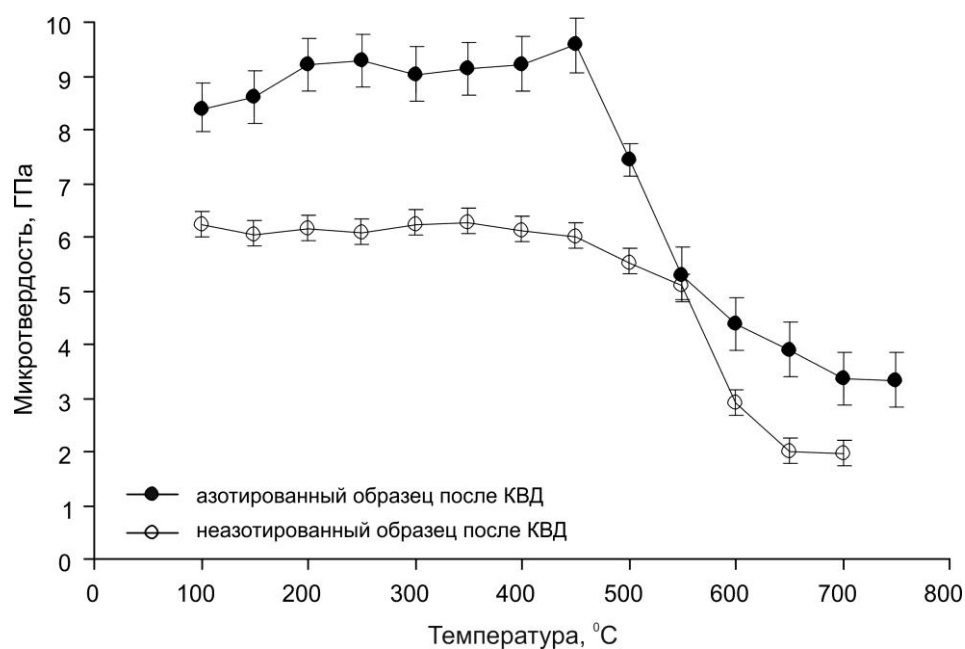


Рисунок 50. Влияние температуры отжига после КВД на микротвердость [291]

Продолжительный отжиг при температуре 450 °С образцов азотированной стали, подвергнутой КВД, не оказывает влияния на микротвердость даже при времени выдержки 10 ч. При повышении температуры отжига до 500 °С микротвердость азотированной стали резко

снижается с увеличением времени выдержки до 5 ч (до 610 ± 11 HV) и далее с увеличением времени выдержки до 10 ч существенно не изменяется.

ТЭМ-анализ показал, что нагрев азотированной стали после КВД до температуры 450 °С (1–10 час) приводит к формированию более равноосной структуры, росту кристаллитов до 90 ± 10 нм и выделению наноразмерных частиц нитридов Cr_2N (размером 10–30 нм) (рисунок 51). При этом плотность дислокаций уменьшается, судя по уменьшению значений микродеформаций.

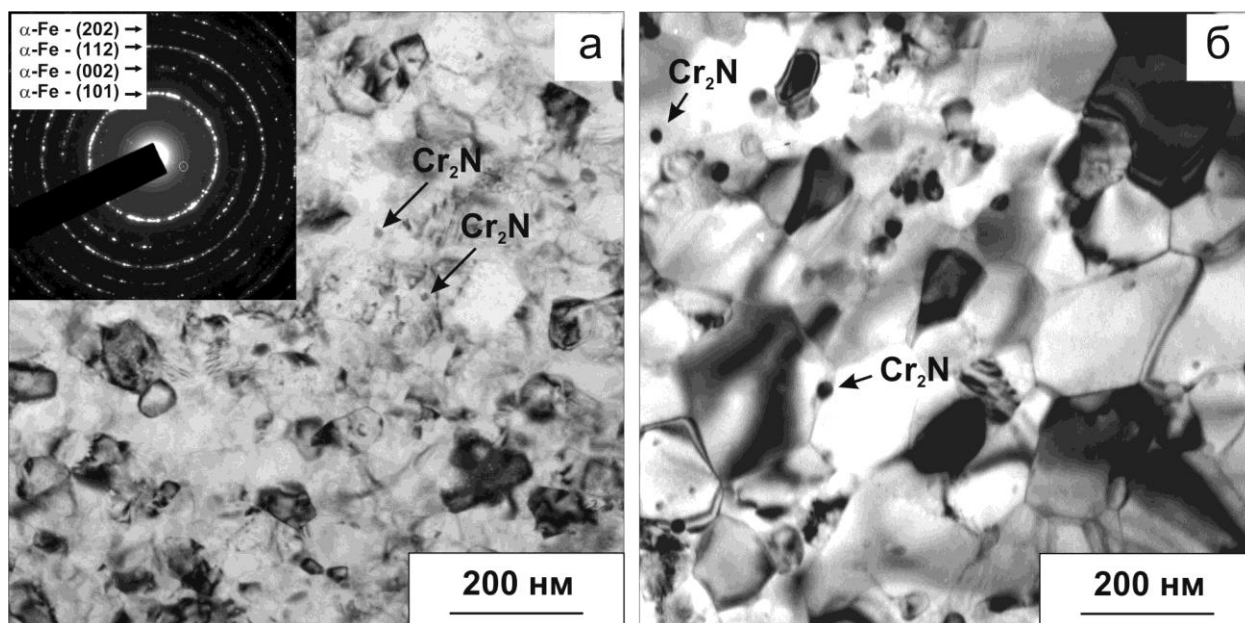


Рисунок 51. Микроструктура азотированной стали 0.08C-18Cr-0.5Ti после КВД и нагрева при 450 °С (а) и 500 °С (б), 1 ч (ТЭМ) [291]

Рентгенофазовый анализ подтвердил, что нагрев стали после КВД до температуры 450 °С (1–10 час) приводит к дополнительному выделению частиц нитридов хрома (их объемная доля повышается с 3,3 до 9,1 %). Если учесть рост зерна при нагреве, то дополнительное упрочнение при нагреве до 450 °С связано с выделением наноразмерных нитридов хрома. Выделившиеся при нагреве после КВД 5–6 % нитридов не только компенсируют разупрочнение от роста зерна, но и приводят к результирующему упрочнению.

С повышением температуры нагрева до 500 °С формируется

преимущественно равноосная зеренная структура со средним размером зерен 135 нм, что сопровождается снижением значений микротвердости. При этом по данным рентгеновского фазового анализа объемная доля нитридов не изменяется. Дальнейший нагрев выше 500 °С приводит к монотонному снижению микротвердости стали. Очевидно, что при этих температурах выделившиеся нитриды не могут компенсировать процесс роста зерна. При этом даже после нагрева до 650 °С значения микротвердости находятся на уровне 390 HV, что на 20 % выше микротвердости стали в исходном азотированном состоянии до КВД за счет наличия дисперсных нитридов. Микротвердость стали в исходно рекристаллизованном состоянии после КВД начинает снижаться при температуре 500 °С и достигает исходного значения при температуре 650 °С. Таким образом азотированная сталь после КВД сохраняет более высокую твердость по сравнению с неазотированной сталью во всем диапазоне температур отжига (100–650 °С), кроме температуры 550 °С, при которой значения твердости азотированной и неазотированной стали становятся одинаковыми.

Таким образом, объемно-азотированную сталь 08X17T можно дополнительно упрочнить путем создания ультрамелкозернистого состояния большими пластическими деформациями. При КВД-деформации максимальное упрочнение (твердость) достигает 900 HV, причем оно сохраняется и даже усиливается до 1000 HV при нагреве до 450–500 °С. В этом случае факторами повышения прочности является формирование нанокристаллической структуры, пересыщенной азотом, и повышение плотности кристаллических дефектов, а высокая прочность при нагреве обеспечивается дополнительным выделением из твердого раствора наноразмерных частиц Cr_2N , сдерживающих рост зерна. Однако сформированная в стали в результате КВД сильно фрагментированная структура с высокой плотностью дислокаций из-за высокой концентрации азота в твердом растворе обладает низкой аккомодационной способностью, как до нагрева, так и после; и при растяжении образцы хрупко разрушаются

уже в упругой области деформации из-за быстрого зарождения и распространения микротрещин. Повышение аккомодационной способности такой структуры возможно только за счет отжига при температурах выше ее термической устойчивости, что, тем не менее, приведет к ощутимому снижению прочности (по сравнению с состоянием до отжига). Тем не менее, такой способ позволяет создать баланс высокой прочности и пластичности в металле, обычно недостижимый иными методами.

4.3 Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости ультрамелкозернистых циркониевых сплавов

Анализ термической устойчивости проведен на промышленных циркониевых сплавах Э110 (Zr–1 % Nb), Э635 (Zr–1 % Nb–0,3 % Fe–1,2 % Sn) и Э125 (Zr–1 % Nb), упрочненных большими пластическими деформациями по ранее описанной методике (см. главу 3) [231, 232, 248, 250].

При нагреве всех трех циркониевых сплавов, содержащих ω -фазу высокого давления после обработки КВД, происходит обратное ω -Zr $\rightarrow\alpha$ -Zr превращение, вызывающее снижение микротвердости. Установлены следующие закономерности прямого и обратного превращения, которые определяются степенью и температурой деформации, а также химическим составом сплава:

(1) увеличение степени деформации (т.е. увеличение оборотов КВД) способствует увеличению доли ω -Zr;

(2) легирование (в первую очередь железом и оловом) затрудняет как прямое, так и обратное фазовое превращение α -Zr $\rightarrow\omega$ -Zr, а также способствует получению более мелкозернистой структуры;

(3) повышение температуры КВД затрудняет как прямое, так и обратное фазовое превращение α -Zr $\rightarrow\omega$ -Zr, а также приводит к получению более крупнозернистой структуры.

Таким образом, в сложнолегированном сплаве Э635 затруднено как прямое, так и обратное фазовое превращение $\alpha\text{-Zr} \rightarrow \omega\text{-Zr}$. Поэтому, с одной стороны, это приводит к уменьшению доли $\omega\text{-Zr}$ в структуре сплава, с другой стороны, к увеличению ее термической устойчивости.

По результатам исследования установлено, что наименее легированный сплав Э110, подвергнутый КВД при комнатной температуре, термически стабилен при нагреве до температуры около 150 °С. В сложнолегированном сплаве Э635 или в сплаве Э125 с более высоким содержанием ниобия температура начала разупрочнения составляет около 300 °С. При повышении температуры деформационной обработки КВД до 200 °С разупрочнение начинается при более высоких температурах нагрева: 300; 325 и 350 °С для сплавов Э110, Э125 и Э635, соответственно. Однако аккомодационная способность структуры в этих сплавах низкая и повышается только нагревом до температур выше их термической устойчивости, с одновременным снижением прочности (см. раздел 4.2). В Главе 2 было показано, что в сплаве Э125 прочность до 900 МПа и относительное удлинение до 5 % достигаются отжигом после КВД, за счет формирования структуры с небольшим количеством $\omega\text{-Zr}$ -фазы (10–30 %) при сохранении размера зерна в субмикронном диапазоне (100–300 нм). С повышением температуры КВД для получения такого же баланса прочности и пластичности требуется повышать температуру отжига. Установлены следующие режимы обработки сплава Э125, обеспечивающие сочетание сверхвысокой прочности и запаса пластичности: (1) КВД при температуре 200 °С и отжиг при температуре 335 °С (2) КВД при температуре 300 °С и отжиг при температуре 375 °С; (3) КВД при температуре 325 °С и отжиг при температуре при 400 °С [241].

Термическая устойчивость упрочненного состояния сплава Э125, полученного методом РКУП, выше, чем полученного методом КВД. Так, прочностные свойства сплава Э125, подвергнутого РКУП, сохраняются после нагрева до температуры 350–400 °С [250]. Отжиг при температуре 450 °С в течении 3 часов образца после РКУП по режиму 1 приводит к формированию

более равноосной структуры (рисунок 52 *а*). При этом средний размер зерен увеличивается до 350 нм (преобладающий размер от 240 до 480 нм) при сохранении высокой плотности дислокаций. Такие структурные изменения приводят к небольшому снижению предела прочности (на ~15 %), при этом относительное удлинение увеличивается до 15–16 % (см. таблицу 6). При повышении температуры отжига до 500 °С доля равноосных зерен в структуре повышается (рисунок 52 *б*). Средний размер зерна увеличивается до 395 нм (преобладающий размер от 250 до 550 нм).

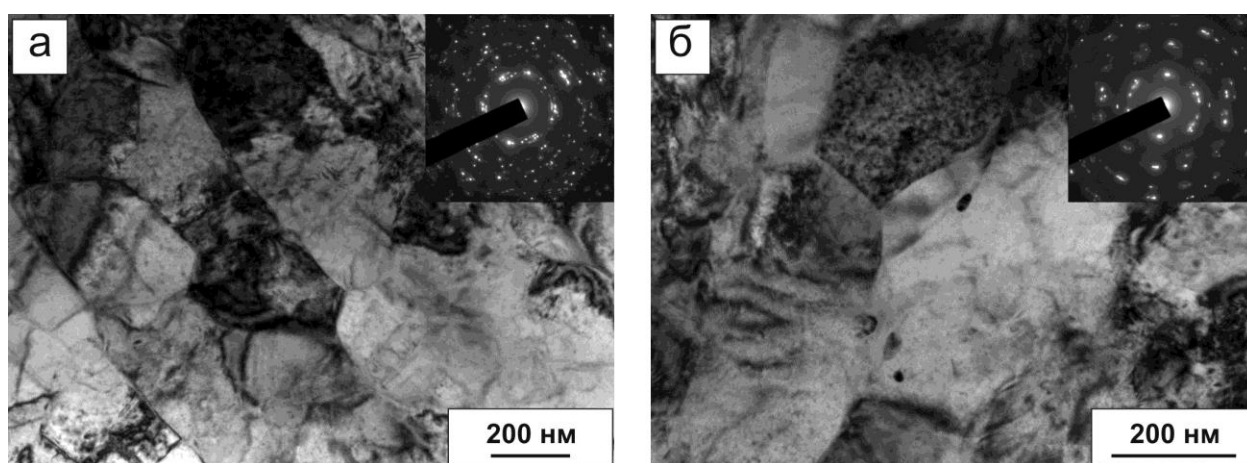


Рисунок 52 – Фотографии микроструктуры сплава Э125 после РКУП и отжига при температуре: (а) 450 °С; (б) 500 °С [250]

Параметры кристаллической ячейки (a и c) сплава Э125, как отожженного, так и подвергнутого РКУП, монотонно увеличиваются при повышении температуры от 23 до 570 °С. Измельчение зеренной структуры и повышение плотности дислокаций при РКУП сплава приводит к росту микродеформаций в ~4,2 раза (рисунок 53).

Величина микродеформаций в сплаве Э125, подвергнутого РКУП, рассчитанная на основе данных рентгеноструктурного анализа, максимальна при 190 °С. При нагреве выше 350 °С величина микродеформаций монотонно уменьшается, а при 570 °С темп снижения микродеформаций замедляется из-за выделения β -Nb. Для сплава исходного состояния дополнительное выделение частиц β -Nb в α -Zr-матрице при 570 °С приводит к заметному

росту значений микродеформаций.

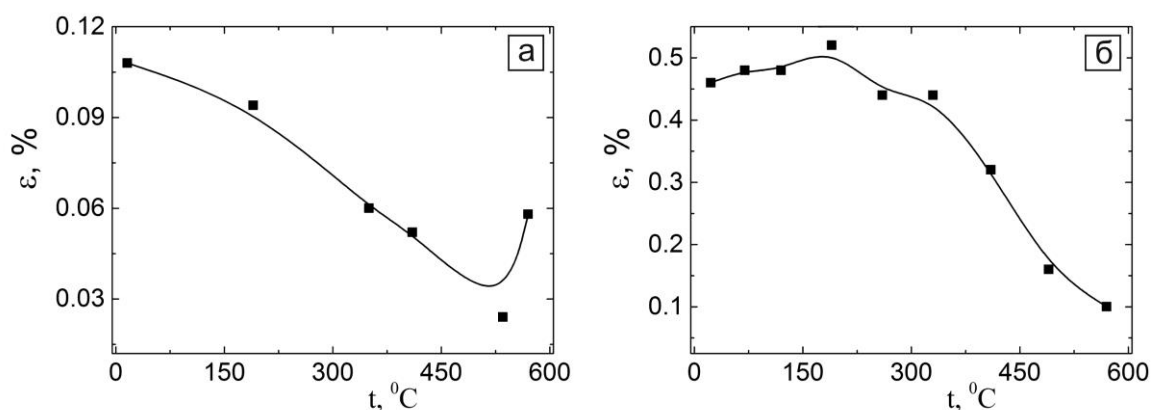


Рисунок 53. Температурная зависимость микродеформаций в сплаве Э125 исходного состояния (а) и подвергнутого РКУП (б)

Подобное поведение при нагреве наблюдается и для сплава Э125, упрочненного методом РК. Значения микротвердости сплава, упрочненного РК, сохраняются после отжига с выдержкой 1 час при температуре 400 °С. Повышение температуры отжига до 450 °С и 500 °С приводит к снижению значений микротвердости в среднем на 10 и 12 %, соответственно.

Для проверки сохранения пластичности упрочненного состояния после отжига были проведены испытания образцов РК-сплава на растяжение. Перед испытанием разрывные образцы отжигали при двух температурах: 400 °С – максимальная температура, при которой микротвердость остается неизменной (по сравнению с микротвердостью сплава послековки) и 450 °С – температура, при которой микротвердость начинает снижаться. Результаты испытания на растяжение при комнатной температуре показали, что отжиг при температуре 400 °С (выдержка 1 час) снижает предел прочности сплава на 4–10 %, в зависимости от температурыковки (таблица 12). При этом относительное равномерное удлинение сплава повышается до 5,5–7 %. Повышение температуры отжига до 450 °С, независимо от температурыковки, вызывает снижение предела прочности сплава на 7 %, а также дальнейшее снижение предела текучести сплава еще на 5–6 %, при этом относительное удлинение не изменяется.

Таблица 12. Механические свойства циркониевого сплава после ротационнойковки и отжига при комнатной температуре испытания

Обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	$\delta_{\text{равн.}}$, %
РК при 200 °С + отжиг при 400 °С	581±6	780±3	7,0±0,5
РК при 200 °С + отжиг при 450 °С	545±7	751±3	6,0±0,3
РК при 300 °С + отжиг при 400 °С	572±5	804±4	5,5±0,5
РК при 300 °С + отжиг при 450 °С	543±7	755±3	6,0±0,3

Для установления причин изменения механических свойств РК-сплава Э125 после отжига были проведены исследования микроструктуры методом ТЭМ. На рисунке 54 показана микроструктура сплава после РК при 200 °С и отжига при 400 °С. Отжиг привел к некоторому уменьшению плотности кристаллических дефектов, росту кристаллитов и трансформации многих кристаллитов в равноосные. Однако вытянутые субзерна преобладают в структуре. Средний размер равноосных кристаллитов составил 347 нм (разброс 200–500 нм), а вытянутых субзерен 184 нм (разброс 90–200 нм).

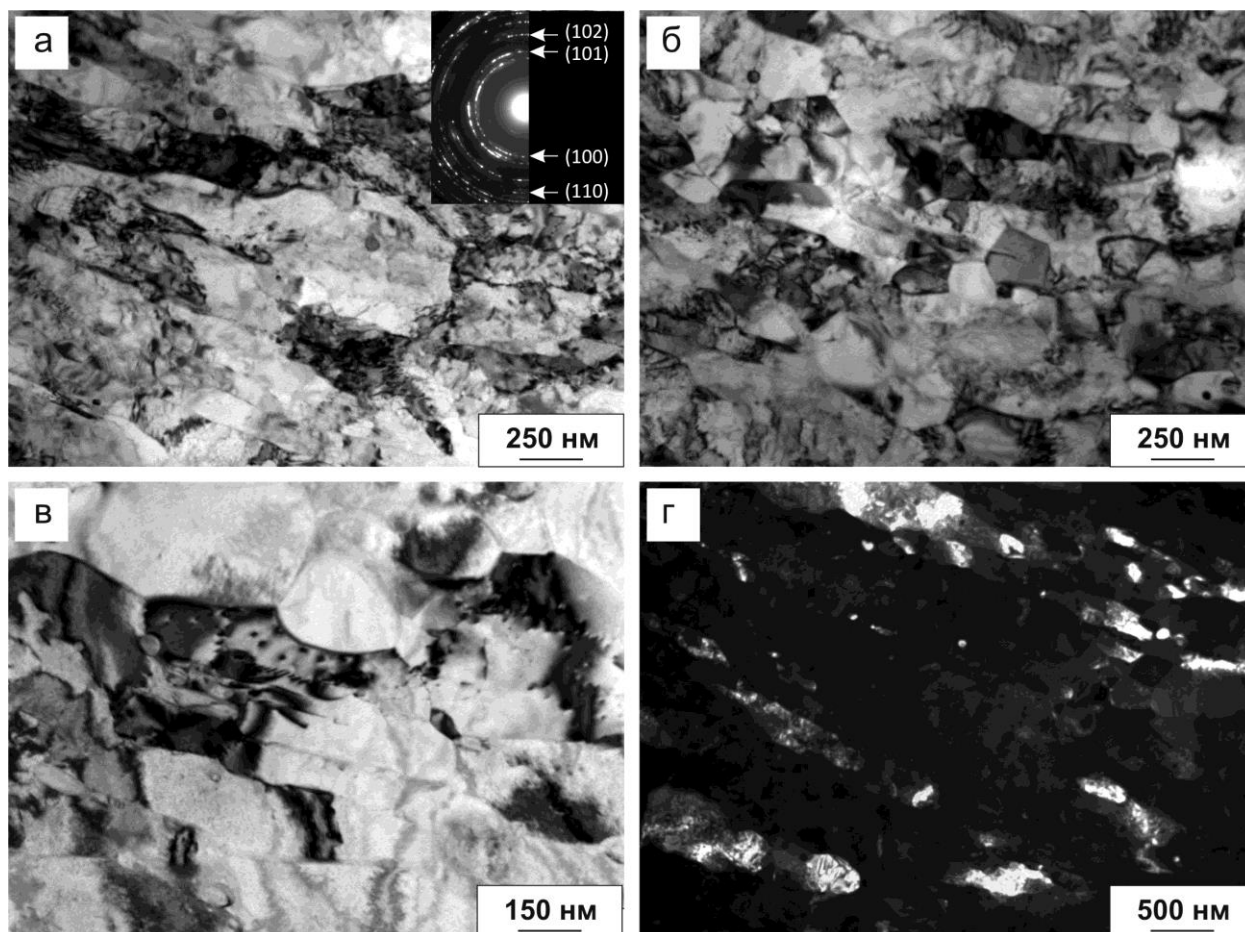


Рисунок 54. Микроструктура циркониевого сплава Э125 после ротационной ковки при 200 °С и отжига при 400 °С (ТЭМ): (а-в) светлопольные изображения; (г) темнопольное изображение

На рисунке 55 показана микроструктура сплава после РК при 200 °С и отжига при 450 °С. С повышением температуры отжига с 400 °С до 450 °С равноосные кристаллиты занимают преобладающую долю в структуре, при этом их средний размер составил 247 нм (разброс 150–360 нм). Плотность кристаллических дефектов уменьшается, направленность структуры исчезает, но отдельные вытянутые субзерна в структуре сохраняются; их средний размер составил 224 нм (разброс 120–330 нм).

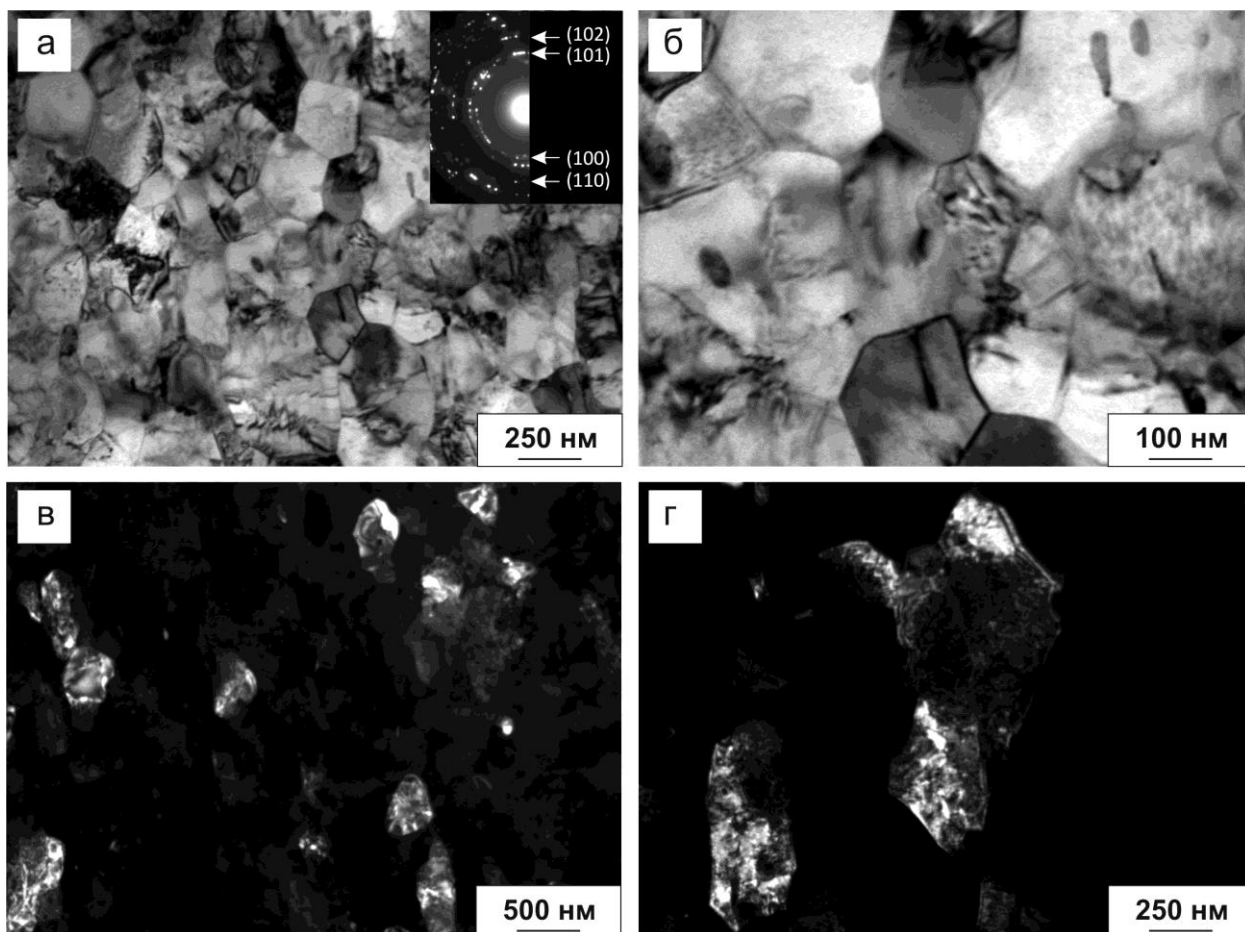


Рисунок 55. Микроструктура циркониевого сплава Э125 после ротационнойковки при 200 °С и отжига при 450 °С (ТЭМ): (а, б) светлопольные изображения; (в) темнопольное изображение

Таким образом, ультрамелкозернистые Zr–Nb сплавы, полученные как РКУП, так и РК, обладают повышенной термической устойчивостью (до 400–450 °С), причем их аккомодационная способность полностью сохраняется (или даже улучшается) после нагрева. Повышенная термостойкость этих сплавов связана в основном с высокой температурой плавления циркония, а легированием тугоплавким ниобием дополнительно замедляет диффузионные процессы.

4.4 Повышение термической устойчивости упрочненного состояния путем создания многослойных структур

Высокая термическая устойчивость упрочненного состояния может быть достигнута за счет создания специального структурного дизайна. Так использование методов больших пластических деформаций для изготовления композиционных материалов (в ряде работ называемых «гибридными») позволило создать новый тип многослойных материалов с использованием метода КВД [292-297].

Способ заключается в совместном деформировании методом КВД слоистой (обычно 3 слоя) заготовки типа «сэндвич» из разнородных металлов. Так были получены композиционные материалы с многослойной структурой – «сталь/ванадиевый сплав/сталь»; «алюминий/магний/алюминий»; «ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав», «медь/алюминий» и др. Особенности и механизмы формирования структуры таких материалов широко изучались [298-308].

В работе изучали композиционные материалы, полученные совместной деформацией методом КВД трехслойного образца (сэндвича) «сталь/ванадиевый сплав/сталь». В качестве компонентов композиционного материала использовали ванадиевый сплав V–10Ti–5Cr и коррозионностойкую сталь 08X17T в виде листов в рекристаллизованном состоянии. Плоские диски диаметром 8 мм вырезали электроискровым методом из листов стали и ванадиевого сплава. Трехслойный образец собирали следующим образом: нижний стальной слой толщиной 0,3 мм, средний слой из сплава ванадия толщиной 0,2 мм и верхний стальной слой толщиной 0,5 мм. Таким образом, толщина трехслойной заготовки перед КВД составила 1 мм. КВД трехслойного образца проводили на установке типа камеры Бриджмена в стесненных условиях, при давлении 6 ГПа, пяти оборотах наковальни, скорости вращения 1 об/мин и температурах 20 и 400 °С. Для сравнения плоские образцы сплава V–10Ti–5Cr и стали 08X17T

диаметром 8 мм и исходной толщиной 1 мм подвергали деформации методом КВД по таким же режимам [292, 309].

Все образцы, полученные КВД, подвергали нагреву в электропечи при температурах от 100 до 800 °С (с шагом 50 °С) с выдержкой 1 час и охлаждением с печью. Нагревы образцов ванадиевого сплава и композиционного материала «сталь/ванадиевый сплав» проводили в вакууме $1,3 \times 10^{-3}$ Па для исключения взаимодействия ванадиевого сплава с кислородом и азотом при температурах выше 400 °С, приводящего к существенному повышению его твердости и охрупчиванию.

КВД трехслойного образца «сталь/ванадиевый сплав/сталь» при 20 °С привело к фрагментации и «перемешиванию» слоев стали и ванадиевого сплава и формированию ультратонкой мультислоистой структуры в средней части образца (см. рисунок 56 а, б) [292]. С увеличением расстояния от центра образца к его периферии число слоев увеличивается, а их толщина уменьшается. Наименьшие значения толщины слоев составили 100–120 нм, наибольшие 6000–8000 нм. При этом в структуре композиционного материала преобладают слои толщиной 120–500 нм.

В то же время КВД трехслойного образца «сталь/ванадиевый сплав/сталь» при 400 °С привело только к соединению слоев с образованием преимущественно гладкой границы раздела между слоями, без их перемешивания (см. рисунок 56 в, г) [292].

Средние значения микротвердости ванадиевого сплава и стали в исходном состоянии составили 205–215 HV и 170–180 HV, соответственно. КВД образцов ванадиевого сплава при температурах 20 и 400 °С привело к повышению микротвердости в ~2 раза (до 409–436 HV). КВД образцов стали при температурах 20 и 400 °С привело к повышению микротвердости в 3,3–3,5 раза (до 590–605 HV).

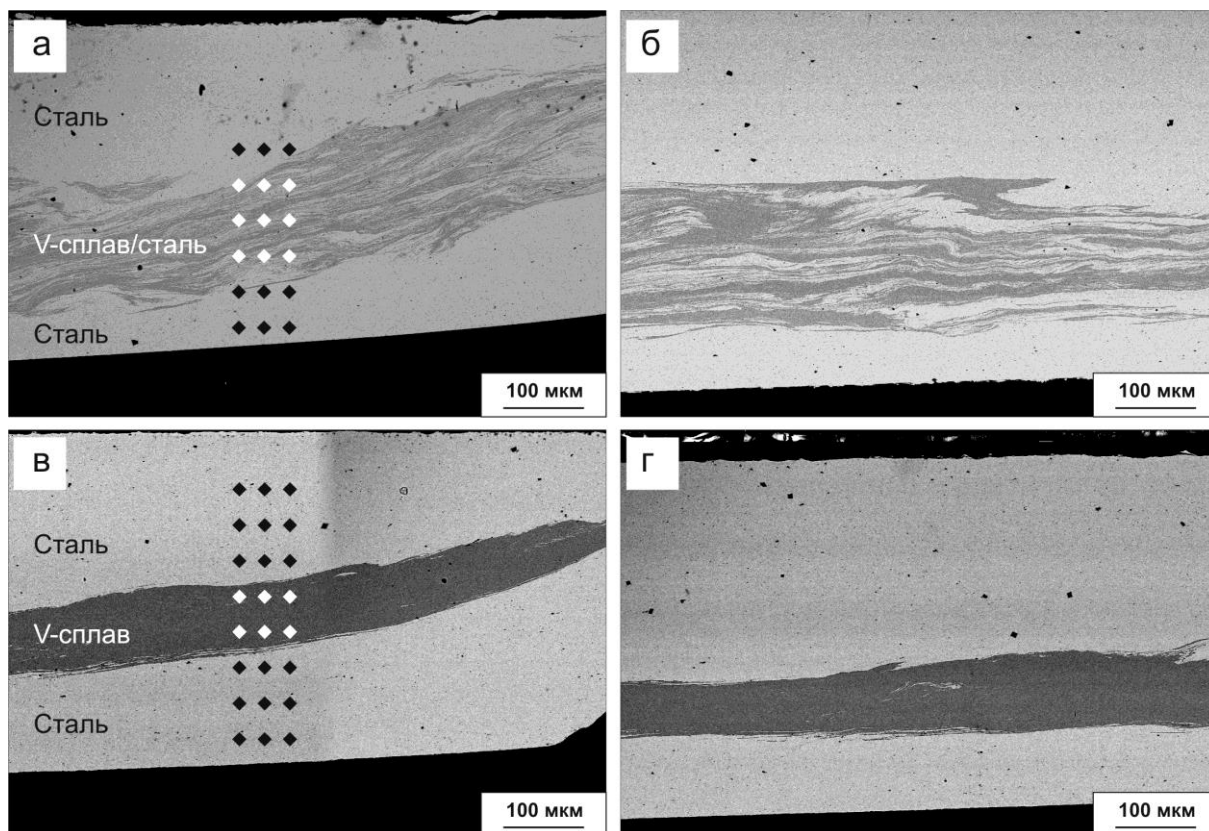


Рисунок 56. Поперечное сечение композиционных образцов «сталь/ванадиевый сплав/сталь», полученных методом КВД при температурах (а, б) 20 °С и (в, г) 400 °С: а, в – периферия образца, б, г – середина радиуса образца: ромбами черного и белого цвета указаны точки измерения микротвердости [309]

КВД привело к повышению значений микротвердости слоев композиционных образцов в 2,0–3,5 раза. В образце после КВД при 20 °С микротвердость по толщине образца распределена следующим образом: на середине радиуса образца она составляет 570–610 HV для стальных слоев и 440–530 HV для смеси слоев ванадиевого сплава со сталью. У периферии образца распределение микротвердости по толщине образца становится более однородным (в диапазоне 550–610 HV). В образце после КВД при 400 °С микротвердость стальных слоев на середине радиуса и на периферии образца составила 560–610 HV, а слоя из ванадиевого сплава – 410–430 HV, что соответствует микротвердости стали и ванадиевого сплава, соответственно, в состоянии после КВД.

Нагрев образцов ванадиевого сплава и стали, упрочненных КВД, до температур 400–450 °С не приводит к изменению значений микротвердости. Нагрев до более высоких температур (500–600 °С) приводит к монотонному снижению значений микротвердости до 330 HV (для образцов ванадиевого сплава) и к небольшому, а затем к резкому снижению значений микротвердости вплоть до 210–240 HV (для образцов стали). Таким образом, образцы стали и ванадиевого сплава, обработанные КВД при температурах как 20 °С, так и 400 °С, являются термически устойчивостью до температур 400–450 °С.

Нагрев композиционных образцов, полученных КВД, до температур 400–450 °С не приводит к изменению значений микротвердости (рисунок 57 а). Нагрев до температур 500–700 °С приводит к снижению микротвердости внешних стальных слоев композиционных образцов вплоть до значений близких к исходным (210 HV). При этом микротвердость среднего слоя композиционного образца (смесь из слоев ванадиевого сплава и стали), полученного КВД при 20 °С, не изменяется вплоть до температуры 700 °С и остается на уровне 440–520 HV на середине радиуса образца и 540–610 HV на периферии образца. Однако в области середины радиуса, где присутствует большее число слоев толщиной более 1 мкм, фиксировались локальные снижения микротвердости (рисунок 57 б). В композиционном образце, полученном КВД при 400 °С, в котором перемешивания слоев не произошло, микротвердость всех слоев (внешних слоев из стали и среднего слоя из ванадиевого сплава) уменьшается при нагреве выше 500 °С (рисунок 57 в).

Таким образом, термическая устойчивость отдельных слоев из стали и ванадиевого сплава в композиционном материале соответствует термической устойчивости образцов стали и ванадиевого сплава, полученных КВД (400–450 °С), в то время как термическая устойчивость среднего слоя композиционного материала, состоящего из смеси тонких слоев стали и ванадиевого сплава, существенно выше и достигает 700 °С. Так управляя степенью перемешивания слоев в таких материалах, можно эффективно

повышать, как уровень прочности, так и его термическую устойчивость.

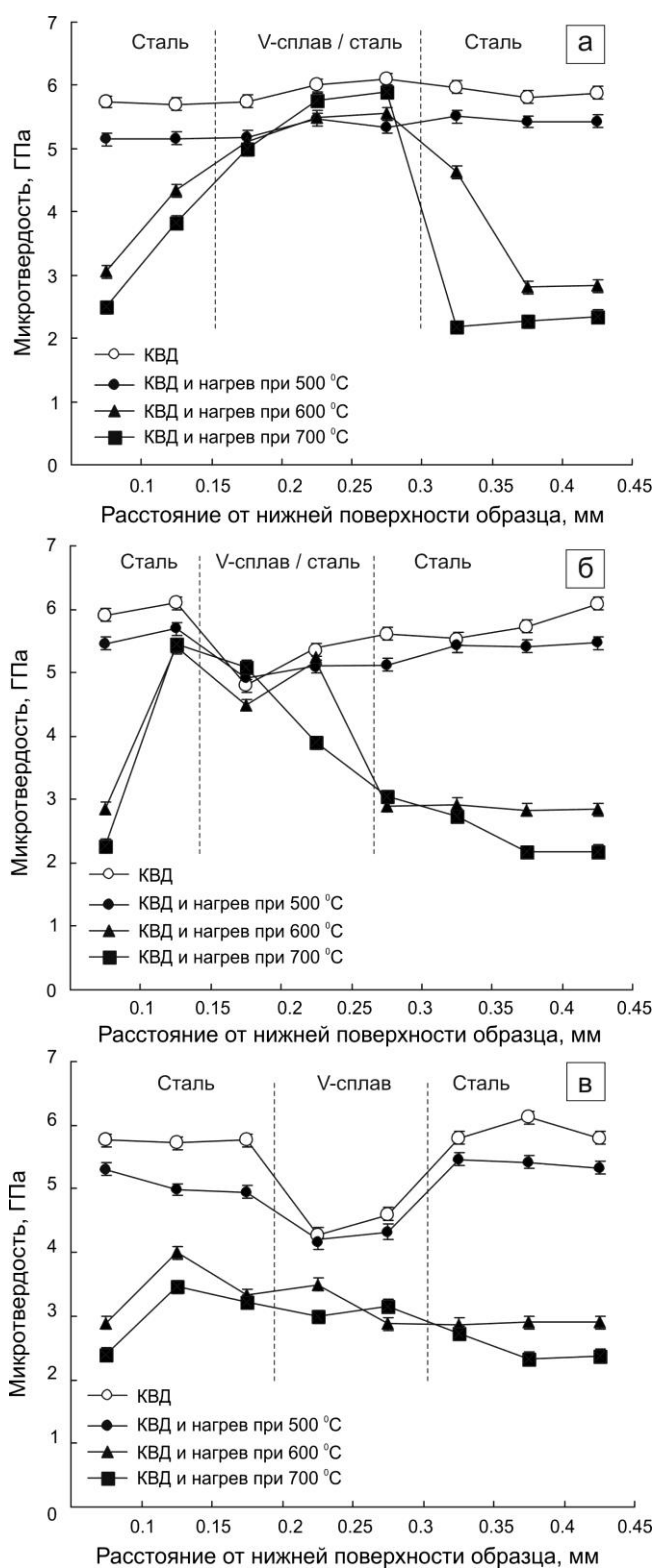


Рисунок 57. Зависимость значений микротвердости композиционных образцов «сталь/ванадиевый сплав/сталь» от температуры нагрева: КВД при (а, б) 20 °С и (в) 400 °С : а – периферия образца, б, в – середина радиуса образца [309]

СЭМ-анализ структуры поперечного сечения композиционного образца показал отсутствие изменений толщин и морфологии слоев при нагреве до температуры 700 °С (рисунок 58).

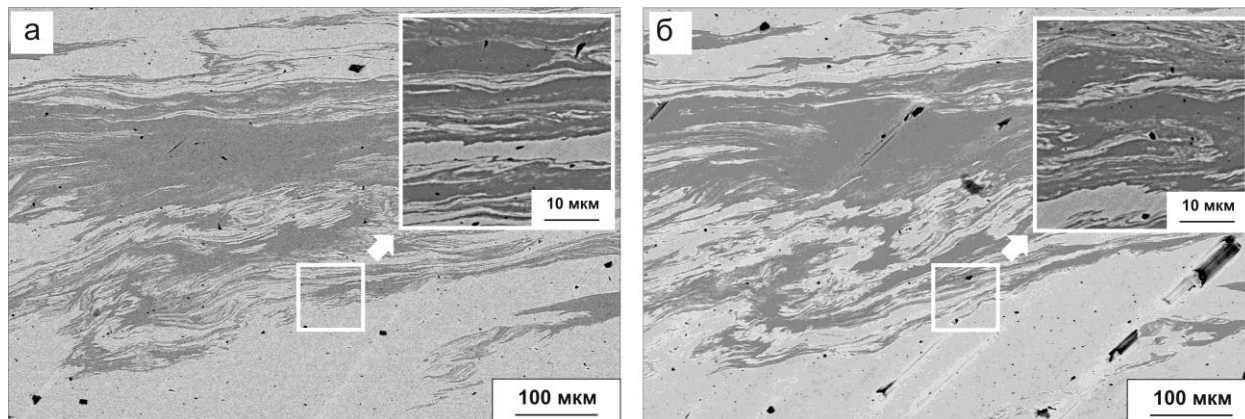


Рисунок 58. Фрагмент поперечного сечения композиционного образца «сталь/ванадиевый сплав/сталь», полученного КВД при температуре 20 °С: после нагрева до (а) 500 °С и (б) 700 °С [309]

Повышенная термическая устойчивость композиционного образца, полученного КВД при 20 °С является следствием формирования в нем ультратонкой мультислоистой структуры, которая сохраняется неизменной при нагревах до температуры 700 °С. Такая структура способствует упрочнению образца в соответствии с соотношением Холла-Петча (тонкие слои являются эквивалентом ультрамелких зерен) [309].

Для изучения аккомодационной способности многослойных структур, полученных методом КВД, в работе проводили испытание на растяжение образцов, вырезанных из КВД-дисков [310]. По сравнению с работой [309] диаметр дисков был увеличен до 20 мм. Трехслойные пакеты собирали следующим образом: нижний слой толщиной 0,4 мм, средний слой толщиной 0,3 мм и верхний слой толщиной 0,5 мм. Таким образом, суммарная толщина трехслойных пакетов перед КВД составила 1,2 мм. Всего 3 трехслойные композиции были подвергнуты деформации методом КВД:

- (1) сталь/ванадиевый сплав/сталь;

- (2) ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав;
- (3) сталь/медь/сталь.

В качестве исходных материалов использовали образцы стали 08X17T, ванадиевого сплава V–10Ti–5Cr, циркониевого сплава Э125 и чистой меди (99,97 %). КВД трехслойных пакетов проводили в стесненных условиях при комнатной температуре, при квазигидростатическом давлении $P = 4$ ГПа и числе оборотов $N = 5$. Отжиги композиционных образцов осуществляли в электропечи в вакууме $1,3 \times 10^{-3}$ Па. Механические свойства композиционных образцов до и после отжига определяли при испытании на одноосное растяжение на установке INSTRON 5966 со скоростью растяжения $0,002 \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре на воздухе. Использовали миниатюрные плоские разрывные образцы толщиной 0,65 мм и размером рабочей части 5,0 мм $\times$ 1,4 мм, которые вырезали электроискровым методом так, что их рабочая часть располагалась ближе к середине радиуса образца.

КВД-деформация всех трехслойных сэндвичей привела к соединению слоев (рисунок 59). Границы раздела слоев в основном свободны от наличия пор, расслоений и прочих дефектов. Однако в локальных областях наблюдались расслоения по границам раздела слоев, что может быть связано с недостаточно высоким прикладываемым давлением. Сформированные в результате КВД-деформации структуры в образцах диаметром 20 и 8 мм в основном подобны [309]. В поперечном сечении образцов ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав и сталь/ванадиевый сплав/сталь диаметром 20 мм наблюдалась фрагментация слоев на более тонкие слои, имеющие закругленную, вихреобразную форму, и перемешивание слоев. При удалении от периферии к центру образца количество слоев уменьшается, а их толщина увеличивается. В образце сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав диаметром 20 мм многослойная структура сформировалась практически во всем объеме. Известно, что основной вклад в упрочнение циркониевого сплава при КВД вносит образование ω -фазы, обладающей высокой твердостью. ω -фаза в циркониевых сплавах образуется даже при

малых степенях деформации КВД. Это означает, что ω -фаза в композиционном образце сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав образуется во всем объеме слоя из циркониевого сплава (что подтверждают данные рентгеновского фазового анализа). Данный факт, по-видимому, объясняет формирование слоистой структуры практически во всем объеме образца сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав диаметром 20 мм, несмотря на различную накопленную деформацию. В поперечном сечении композиционного образца сталь/медь/сталь диаметром 20 мм наблюдалась преимущественно гладкая граница раздела между слоями с единичными дефектами вихревого характера.

Все композиционные образцы диаметром 20 мм обладают существенно (в 1,4–3,0 раза) большей микротвердостью, чем их исходные компоненты. Так, в образце сталь/медь/сталь микротвердость медного слоя после КВД повысилась с 125 до 180 HV (в 1,4 раз), как на периферии, так на середине радиуса КВД-образца. Изменение микротвердости стальных слоев в ходе КВД имеет более сложный характер, чем для образцов диаметром 8 мм. На середине радиуса образца микротвердость повысилась от 180 до 250–290 HV. На периферии образца микротвердость стальных слоев при удалении от поверхности образца к его середине увеличивалась от 320 до 500 HV.

В образце сталь/ванадиевый сплав/сталь микротвердость внешних слоев после КВД составила 470–540 HV, а внутреннего слоя – 400–470 HV. На периферии образца значения микротвердости среднего слоя выше, чем на середине радиуса, что связано с менее развитой слоистой структурой.

В образце ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав микротвердость внешних слоев после КВД составила 350–390 HV, а внутреннего слоя – 370–430 HV. Различий в микротвердости среднего слоя на периферии и на середине радиуса КВД-образца не наблюдалось.

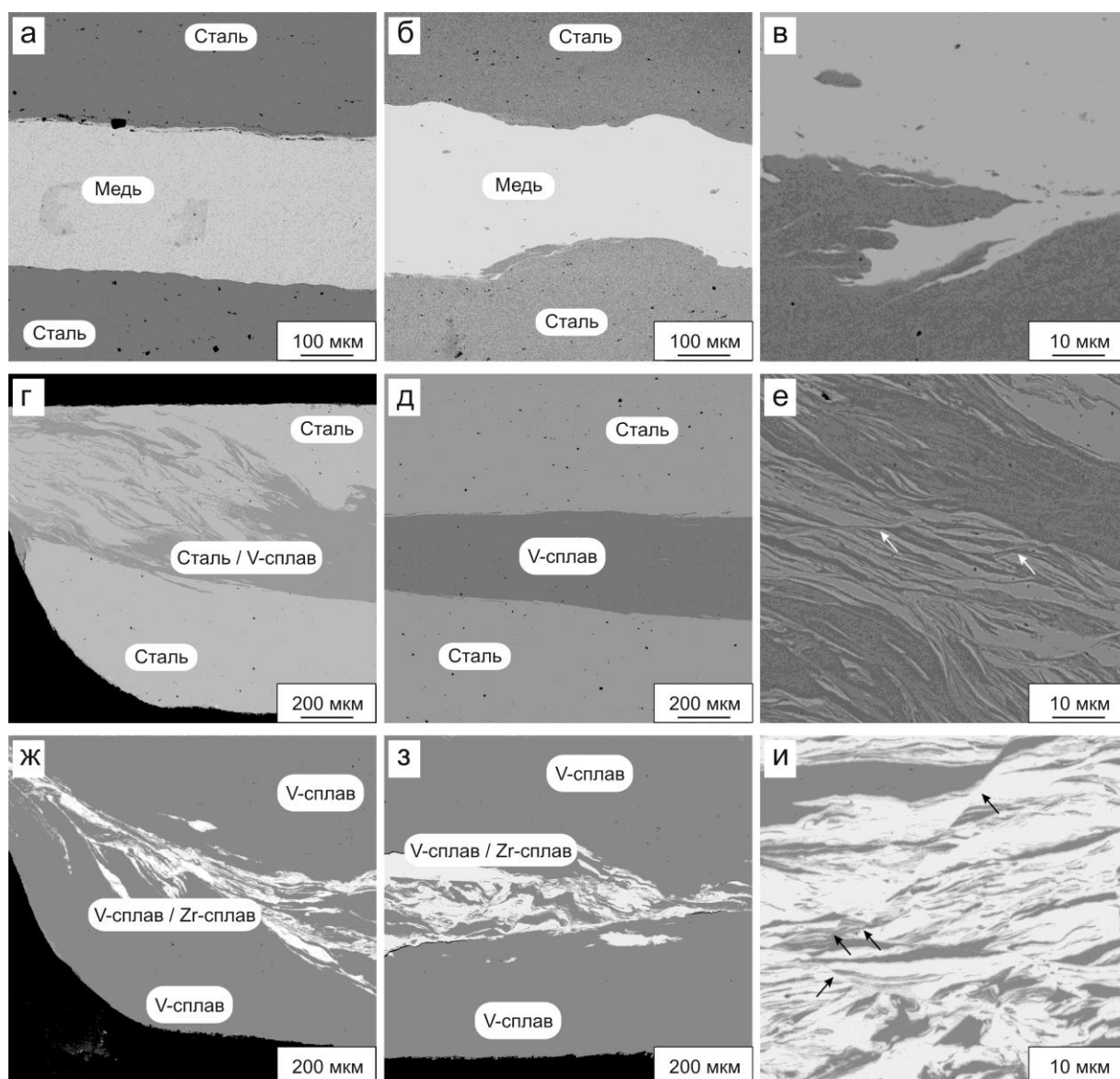


Рисунок 59. Структура в поперечном сечении композиционных образцов: а, б, в – сталь/медь/сталь; г, д, е – сталь/ванадиевый сплав/сталь; ж, з, и – ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав: а, г, ж – периферия образца; б, д, з – середина радиуса образца; в, е, и – увеличенные фрагменты структуры периферии образца [310]

Композиционные образцы, полученные КВД-деформацией, характеризуются сверхвысокой механической прочностью, в несколько раз превышающей прочность исходных компонентов (таблица 13, рисунок 60). При этом наименьшая прочность и наибольшая пластичность наблюдается у композиционных образцов сталь/медь/сталь, в которых не произошло перемешивания слоев. Эти свойства обусловлены градиентной структурой

таких образцов – прочными внешними слоями из стали и более мягким средним слоем из меди. Так, пределы текучести и прочности образца сталь/медь/сталь после КВД составили 673 и 811 МПа, соответственно, а относительное удлинение 3 %.

Таблица 13. Механические свойства композиционных образцов, полученных КВД, и их компонентов [310]

Обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
сталь			
отжиг	329±7	469±8	31±1
медь			
холодная деформация	320±4	340±5	26±2
ванадиевый сплав			
отжиг	230±18	440±20	24±2
циркониевый сплав			
отжиг	230±8	420±8	27±1
сталь/медь/сталь			
КВД	673±15	811±21	3,0±0.5
сталь/ванадиевый сплав/сталь			
КВД	-	1562±41	0
КВД + отжиг 550 °С (1 ч)	1299±21	1366±30	0,8±0,3
ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав			
КВД	-	1567±31	0
КВД + отжиг 550 °С (1 ч)	1070±17	1095±27	2,0±0,5

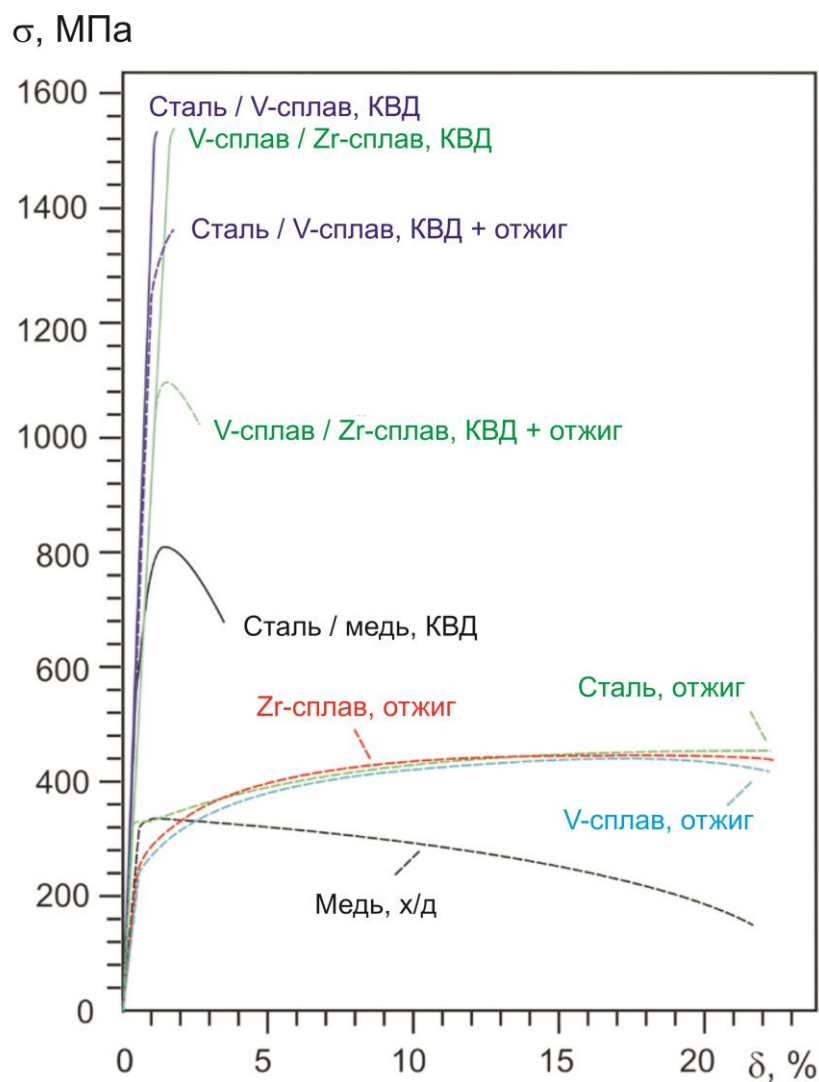


Рисунок 60. Кривые «напряжение-деформация» композиционных образцов, полученных КВД [310]

Напряжение разрушения образцов сталь/ванадиевый сплав/сталь и ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав составило около 1600 МПа, при этом разрушение образцов происходило в области предела упругости. Некоторого повышения пластичности таких образцов можно достигнуть отжигом. Так, отжиг образцов сталь/ванадиевый сплав/сталь и ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав при 550 °С (1 ч) привел к снижению прочности (на 12 и 30 % соответственно) и повышению пластичности. Пределы текучести и прочности образца сталь/ванадиевый сплав/сталь после КВД и отжига составили 1299 и 1366 МПа, соответственно, а относительное удлинение около 1 %. Пределы текучести и

прочности образца ванадиевый сплав/циркониевый сплав/ванадиевый сплав после КВД и отжига составил 1070 и 1095 МПа, соответственно, а относительное удлинение около 2 %. Повышение пластичности композиционных образцов с многослойной структурой можно связать с разупрочнением их внешних слоев при отжиге и формированием таким образом градиентной структуры: упрочненная многослойная сердцевина и более вязкие поверхностные слои, способные к торможению образовавшихся микротрещин.

Таким образом, эффективным способом повышения термической устойчивости упрочненного состояния является формирование ультратонкой мультислоистой структуры сплава (с толщиной слоев около 100 нм), устойчивой к нагревам и обеспечивающей высокую прочность. Такие структуры могут быть созданы методом КВД в материале, состоящим минимум из двух разнородных металлов со слабой взаимной диффузией и различной деформационной способностью. Так получены высокопрочные композиционные образцы на основе ферритной высокохромистой стали и ванадиевого сплава V–Ti–Cr с ультратонкой мультислоистой структурой и аномально высокой термической устойчивостью их упрочненного состояния вплоть до температуры 700 °С. При том, что термическая устойчивость стали и ванадиевого сплава не превышает 400–450 °С. Хотя аккомодационная структура таких композиционных структур невелика, минимальный запас пластичности они сохраняют. А за счет выбора компонентов таких композиционных материалов и изменения режимов их деформационной и термической обработки удалось достичь сочетания высокой прочности до 800–1000 МПа и относительного удлинения до 3 %.

4.5 Выводы к главе 4

1 Для обеспечения термической устойчивости упрочненного состояния ультрамелкозернистых сплавов и сохранения аккомодационной способности

после нагрева необходимо создание структур, либо с повышенной объемной долей наноразмерных частиц в малодефектных динамически рекристаллизованных зернах, либо склонных к выделению таких частиц при нагреве. Высокая термическая устойчивость иных структур, обеспечивающих высокую прочность и пластичность, достигается в основном в сплавах, имеющих более тугоплавкую металлическую основу.

2 Эффективным способом достижения высокопрочного и термически устойчивого состояния является создание ультратонких мультислоистых структур из разнородных металлов со слабой взаимной диффузией. Управляя степенью перемешивания слоев в таких материалах, можно эффективно повышать, как уровень прочности, так и его термическую устойчивость.

Глава 5. Структурные факторы и способы сохранения высокотемпературной прочности

5.1 Проблема сохранения высокотемпературной прочности в сталях и сплавах

Проблема сохранения упрочненного состояния сплавов особенно актуальна при горячей деформации (см. главу 1). В условиях горячей деформации при заданной температуре в металле одновременно проходят конкурирующие процессы деформационного упрочнения (горячего наклепа) и динамического разупрочнения [73, 77-80]. При горячей деформации сталей процесс разупрочнения обычно превалирует над процессом упрочнения, т.е. горячий наклеп полностью или частично снимается. Это значительно снижает сопротивление металла пластической деформации при высоких температурах и ограничивает применение углеродистых и легированных сталей с относительно невысокой температурой рекристаллизации в качестве инструмента при высоких температурах.

Высокая жаропрочность необходима инструментальным сталям для горячей обработки давлением (штамповка, прессование). Например, при прессовании сплавов на медной основе инструмент во время работы подвергается воздействию переменных механических и термических нагрузок, а рабочие температуры составляют 700–800 °С [74, 75, 101, 105, 311-313]. Наиболее теплостойкие стали на ферритно-перлитной обеспечивают высокую стойкость инструмента до 700 °С, а при нагреве выше этих температур быстро разупрочняются [65, 98, 102-104, 106, 314, 315]. Не решает проблему и применение жаропрочных аустенитных сталей и сплавов на никелевой основе (например, NIMONIC Alloy и др.) в силу их склонности к растрескиванию, плохой обрабатываемости резанием, высокой стоимости и дефицитности входящих в состав компонентов, в связи с чем их производство очень дорого и трудоемко [94-97, 99, 100]. Еще в последней

четверти XX века стало ясно, что резерв повышения стойкости штамповых сталей ферритного класса практически исчерпан (рисунок 61).

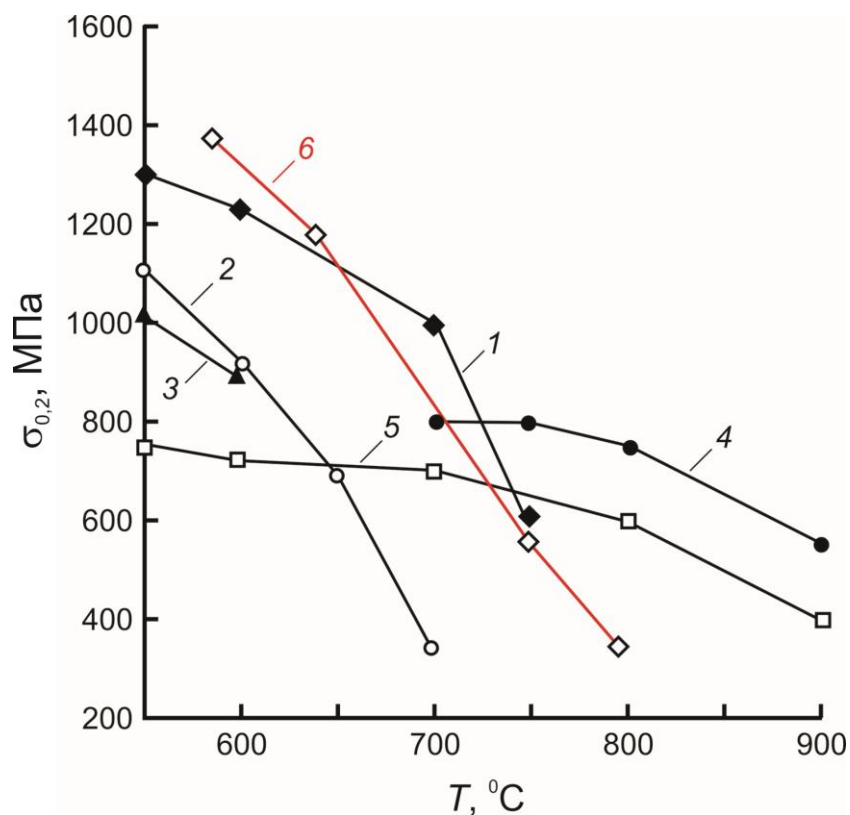


Рисунок 61. Изменение предела текучести при нагреве сталей и сплавов: 1 – 2X6B8M2K8 (ЭП745); 2 – 5X3B3MΦC (ДИ-23); 3 – 3X2B8Φ (H20, H21); 4 – XH56BMKЮ (ЭИ109); 5 – XH70BMTЮ (ЭИ617); 6 – стали с РАПЭ (график построен обобщением литературных данных [102-104]; стали взяты после предварительного термического упрочнения; на оси X указаны температуры, при которых измерялся предел текучести)

В целом традиционные способы повышения высокотемпературной прочности сплавов ограничены и не один известный способ не позволяет достичь состояния горячего упрочнения в обычных легированных сталях. Так объемно-азотированные стали типа 08X17T (см. Главу 2) обладают при 700 °C повышенной прочностью (до 220 МПа, что в 2,5 раза выше, чем у стали без азота) при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение около 55 %) за счет наличия в ее структуре дисперсных частиц

термически стабильных нитридов хрома и легированного твердого раствора. При этом деформационное упрочнение таких сталей при температуре 700 °С очень низкое, а нагрев до более высоких температур приводит к значительному снижению прочности. Повышенной высокотемпературной прочностью обладают также алюминиевые и циркониевые сплавы, упрочненными методами больших пластических деформаций (см. Главу 3), за счет устойчивости полученных структур при нагреве до определенных температур. Так, при температуре 300 °С предел текучести и предел прочности сплава Э125, упрочненного ротационной ковкой, выше в 1,3–1,5 раза и в 1,1–1,2 раза, соответственно, по сравнению со сплавом в холоднодеформированном состоянии; при этом относительное удлинение также выше у сплава, упрочненного ротационной ковкой, чем у сплава в холоднодеформированном состоянии (17 %).

В литературе имеются данные, что после низкотемпературной термомеханической обработки высоколегированных сталей и охлаждения, состояние горячего упрочнения может сохраниться, однако образовавшийся мартенсит, унаследовавший субструктуру наклепанного аустенита, обладает плохими механическими свойствами, в т.ч. при последующем нагреве [87]. Поэтому горячий наклеп ранее не рассматривался как фактор повышения высокотемпературной прочности инструментальных сталей, особенно на ферритной основе.

В 1980-х гг. А.Д. Озерским и А.А. Кругляковым впервые в мировой практике был разработан новый класс безвольфрамовых штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (стали с РАПЭ). Основным принципиальным выводом в теории штамповых сталей при создании нового класса сталей с РАПЭ явилось то, что эти стали используют усилия деформации и высокие температуры для повышения прочности инструмента непосредственно при его эксплуатации (эффект Озерского-Круглякова). Особенностью сталей с РАПЭ является низкая температура $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения (A_{C1}) – около 600 °С и высокая устойчивость

переохлажденного аустенита [316-321]. Были также указаны пути повышения работоспособности сталей с РАПЭ путем их упрочнения – ультрадисперсными (карбидными, нитридными или интерметаллидными) фазами, пластической деформацией, фазовым наклепом и комплексом этих методов. На данный момент стали с РАПЭ являются единственным классом сталей, склонных к горячему упрочнению. Поэтому в данной работе при решении задачи сохранения высокотемпературной прочности, эти стали были использованы в качестве модельного материала.

Несмотря на большой период времени, прошедший после первых публикаций о сталях с РАПЭ, на момент начала работы не были известны механизмы и структурные факторы, обеспечивающие их высокотемпературную прочность, а также условия проявления состояния горячего упрочнения и способы управления им.

5.2 Механическое поведение стали с РАПЭ при горячей деформации

В настоящей работе проведено исследование механического поведения и изменения структуры при горячей деформации новой штамповой стали с РАПЭ в диапазоне температур 450–750 °С [93, 322-323]. Полученные результаты позволили выявить механизмы и структурные факторы, обеспечивающие склонность этих сталей к сохранению горячего упрочнения, и количественно оценить их отдельный вклад в общее упрочнение, тем самым внести важный вклад в понимание природы сохранения горячего упрочнения.

В качестве материала для исследования была выбрана среднеуглеродистая (0,46 % С) экономнолегированная инструментальная сталь для горячего прессования с оптимизированным химическим составом, разработанная на основе промышленной марки ЭП930, с частичной заменой никеля марганцем, как элементом, понижающим температуру $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения и повышающим устойчивость переохлаждённого аустенита

[321]. Химический состав стали приведен в Таблице 14 [324].

Таблица 14. Химический состав стали с РАПЭ (масс. %) [324].

Fe	C	Ni	Mo	Cr	Mn	Si	V	Ti	Nb	P	S
основа	0,46	2,6	2,1	1,75	3,9	1,1	0,75	0,4	0,17	0,007	0,005

Исходная (смягчающая) термическая обработка горячекатаных прутков из стали с РАПЭ с сечением 15 мм × 15 мм была следующая: аустенизация (1050 °С, 1 ч), длительная выдержка при температурах интенсивного выделения карбидных фаз (450 °С, 25 ч), двойной нагрев при температурах их коалиценции (580 °С) с выдержкой (25 + 25 ч) и медленное охлаждение. Такой сложный режим термической обработки связан с высокой термической стабильностью переохлажденного аустенита.

Точки A_{C1} и A_{C3} , определенные дилатометрическим методом при скорости нагрева 2 град/с, составили 610 и 790 °С, соответственно. В исходном состоянии структура стали состояла преимущественно из α -Fe-твердого раствора (феррит/бейнит) и частиц вторых фаз (карбиды/интерметаллиды) разного химического состава. Присутствовали мелкие (размером 50–200 нм) комплексные карбиды хрома и марганца, карбиды ванадия и карбиды молибдена с общей объемной долей 3–5 %. Эти карбиды выделились в процессе распада аустенита. Кроме этого присутствовали крупные (размером 1–5 мкм) труднорастворимые сложные карбиды на основе титана, ванадия, ниобия и молибдена, а также сложные карбонитриды титана и ниобия с общей объемной долей 3–5 %. Эти карбиды и карбонитриды образовались на стадии выплавки стали и не растворялись даже при температуре аустенизации 1150 °С.

Механическое поведение стали при горячей деформации изучали в процессе термомеханической обработки (ТМО) по схеме сжатия, имитирующей процесс горячего прессования в промышленных условиях. ТМО проводили на цилиндрических образцах высотой 10 мм и диаметром 5

мм с использованием закалочного-деформационного дилатометра DIL 805 A/D. ТМО состояла из следующих этапов:

(1) аустенизация при 1150 °С в течение 20 минут (скорость нагрева 1 град/с). Температуру аустенизации выбирали экспериментально из следующих соображений. Основная задача аустенизации – растворить максимально возможное количество вторых фаз, присутствующих в стали исходного состояния, и обогатить аустенит легирующими элементами;

(2) охлаждение до 450 °С и выдержка при этой температуре в течение 15 минут с пластической деформацией и без пластической деформации (такая температура соответствует температуре охлаждения инструмента между операциями прессования);

(3) медленный нагрев с скоростью 1 °С/с до 750 °С и выдержка при этой температуре в течение 15 минут с пластической деформацией, либо без пластической деформации, либо пластическая деформация без предварительной выдержки (такая температура соответствует температуре разогрева инструмента при прессовании) [93, 321].

В ряде схем было использовано промежуточное охлаждение с температуры 450 °С до комнатной температуры, после чего осуществлен медленный (1 °С/с) нагрев до 750 °С и пластическая деформация после предварительной выдержки в течение 15 минут, либо быстрый (50 °С/с) нагрев до 750 °С и пластическая деформация без предварительной выдержки [93, 321].

Деформацию проводили по схеме сжатия или растяжения (5 циклов, истинная деформация на каждом цикле 0,013–0,020, скорость деформации 0,1 с⁻¹) с записью истинных кривых «напряжение-деформация» [93, 321].

Всего было использовано 10 схем ТМО (6 основных – ТМО-1А; ТМО-1Б; ТМО-2А; ТМО-2Б; ТМО-3А и ТМО-3Б и 4 дополнительных – ТМО-Д1; ТМО-Д2; ТМО-Д3 и ТМО-Д4), диаграммы которых приведены на рисунках 62 и 63. Использование этих схем определялось необходимостью выявления отдельных механизмов и структурных факторов, влияющих на состояние

горячего упрочнение в сталях с РАПЭ.

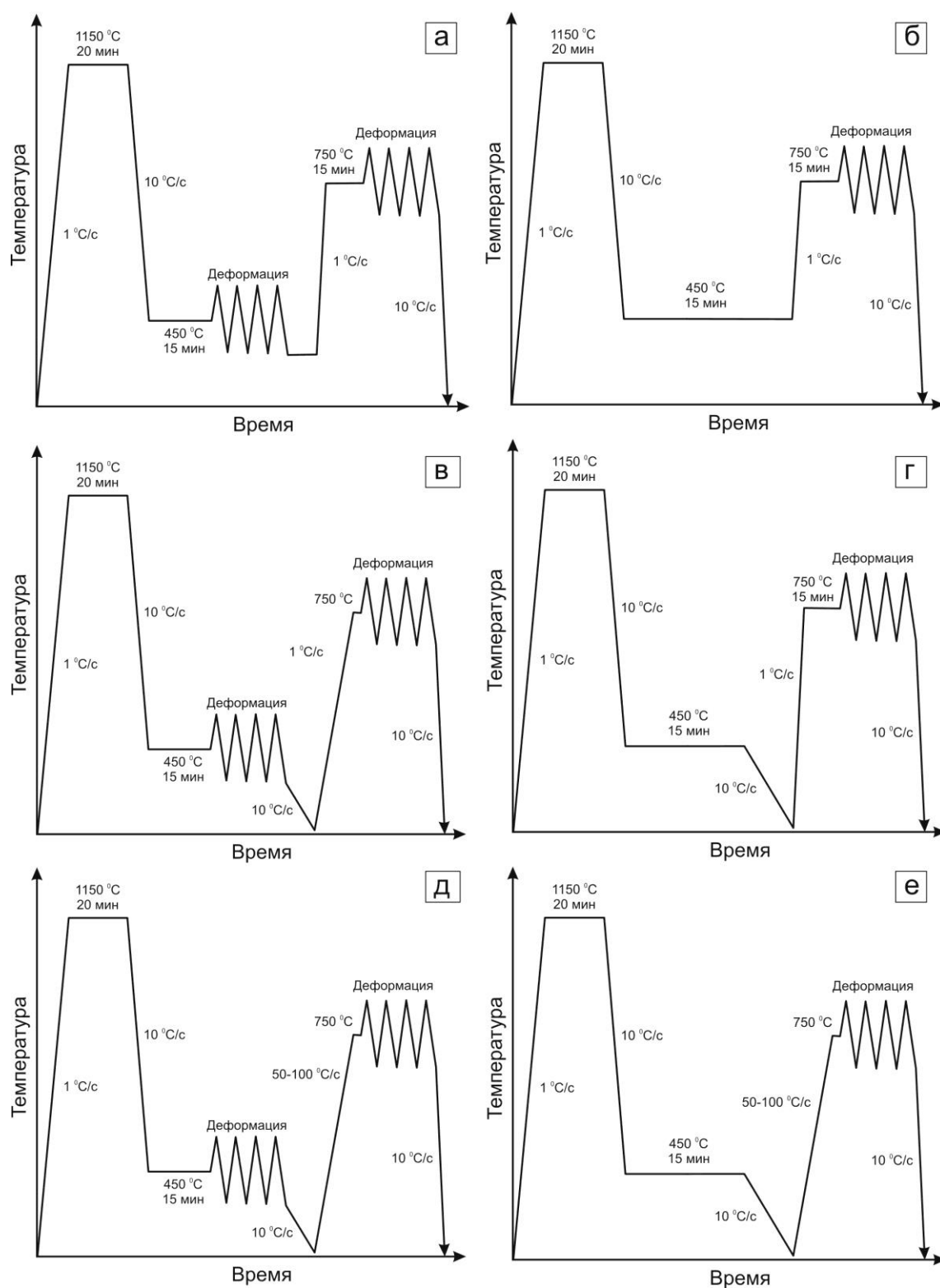


Рисунок 62. Основные диаграммы ТМО: а – ТМО-1А; б – ТМО-1Б; в – ТМО-2А; г – ТМО-2Б; д – ТМО-3А; е – ТМО-3Б

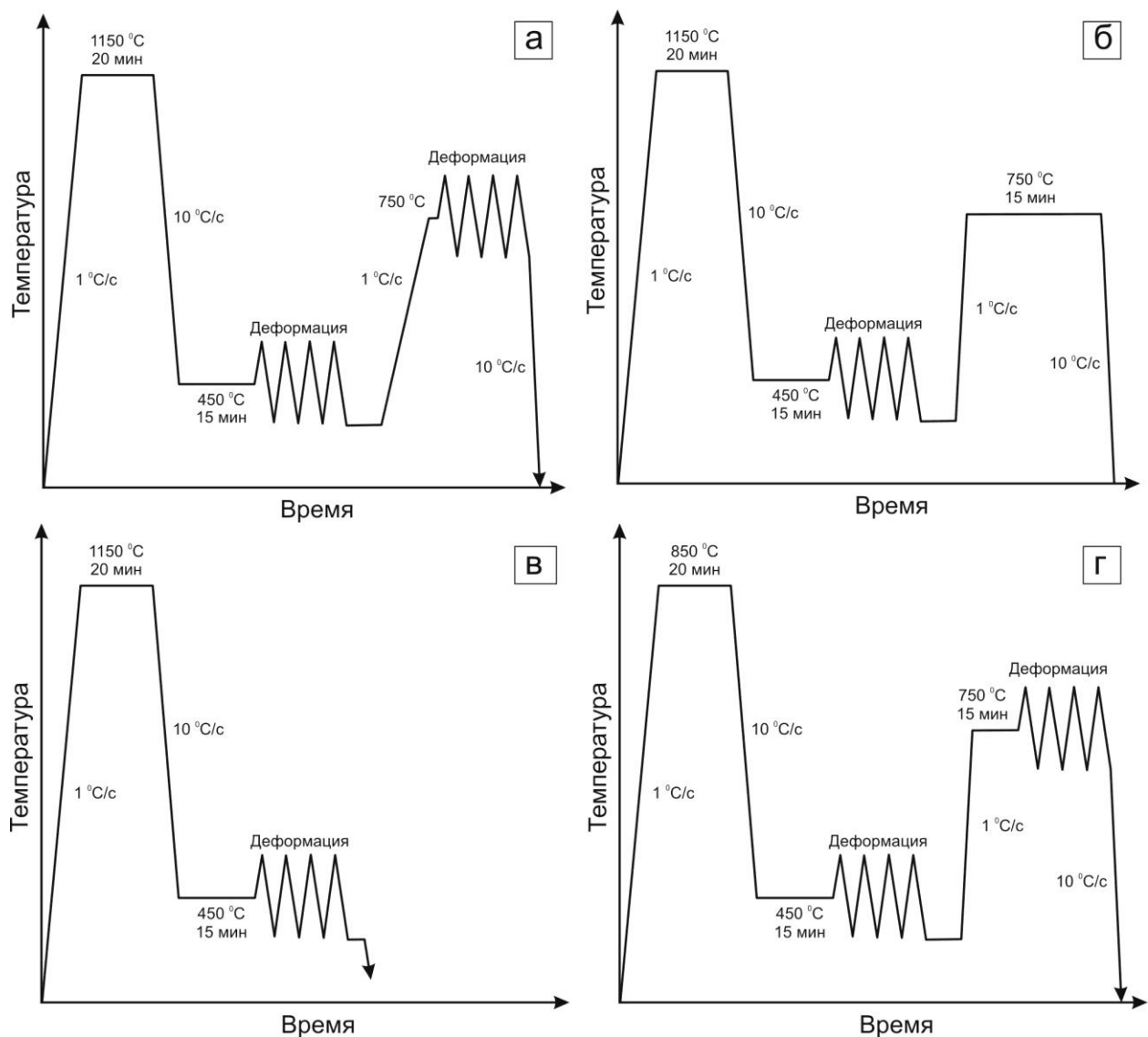


Рисунок 63. Вспомогательные диаграммы ТМО: а – ТМО-Д1; б – ТМО-Д2; в – ТМО-Д3; г – ТМО-Д4

Показатель степени деформационного упрочнения n определяли из уравнения Людвига-Холломоны:

$$S = K \times e^n \quad (1)$$

параметры которого определяли методом наименьших квадратов как коэффициенты уравнения линейной регрессии

$$\ln(S) = \ln(K) + n \times \ln(e) \quad (2)$$

где S – истинное напряжение, e – истинная деформация, K –

коэффициент.

Исследования структуры образцов стали после ТМО и охлаждения до комнатной температуры проводили методом ТЭМ с помощью микроскопа JEM-2100 (JEOL). Микрорентгеноспектральный химический анализ выделений в структуре стали был проведен с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100Plus при ускоряющем напряжении 200 кВ, оснащённого анализатором BRUKER XFlash 6Ti60. Результаты визуализировали в виде концентрационных карт.

Истинные кривые «напряжение-деформация» стали, полученные для разных диаграмм ТМО, приведены на рисунках 64–66.

Многократная (5 этапов) пластическая деформация при 450 °С привела к существенному упрочнению стали с РАПЭ – максимальное напряжение $S_{\max}$ повышается в 1,8 раз – с 257 до 456 МПа (рисунок 64 *а*). Кривая течения на этой стадии ТМО описывается уравнением (коэффициент детерминации $R^2 = 0,996$):

$$S_{\max} = 198,7e^{0,381} \quad (3)$$

Показатель степени деформационного упрочнения n составил 0,38. Достигнутый при 450 °С уровень упрочнения сохраняется на первом этапе последующей деформации при 750 °С и усиливается при следующих 4-х этапах – $S_{\max}$ повышается на 7 % – до 494 МПа. Кривая течения на этой стадии ТМО описывается уравнением ($R^2 = 0,998$):

$$S_{\max} = 449,8e^{0,043} \quad (4)$$

Показатель степени деформационного упрочнения n составил 0,04. Таким образом, уровень прочности достигнутый после деформации при 450 °С не только сохраняется при нагреве до более высокой температуры 750 °С, но и усиливается в ходе деформации при этой температуре [93].

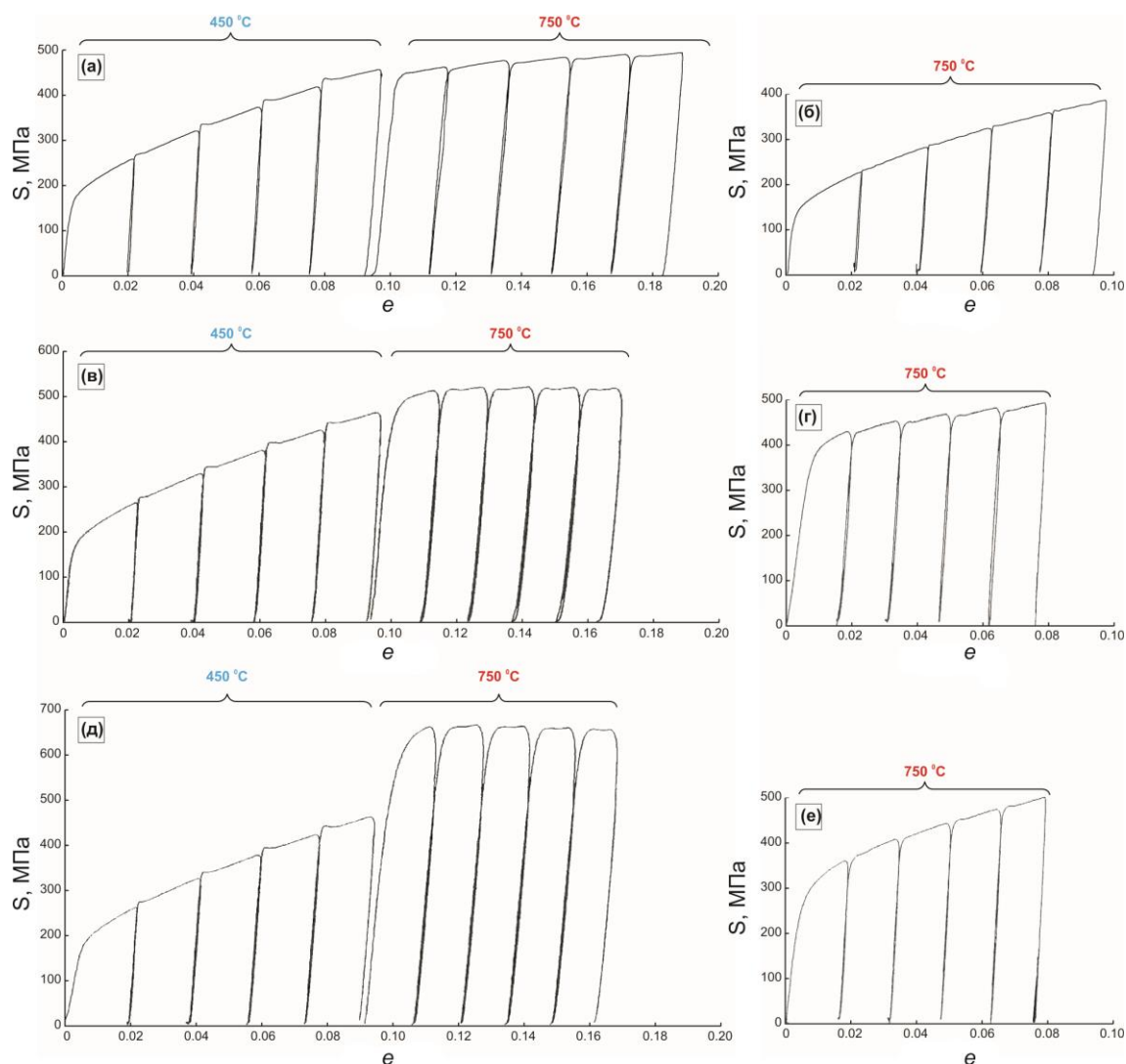


Рисунок 64. Кривые «напряжение-деформация» стали с РАПЭ, полученные с использованием разных схем ТМО с температурой аустенизации 1150 °С: а – ТМО-1А; б – ТМО-1Б; в – ТМО-2А; г – ТМО-2Б; д – ТМО-3А; е – ТМО-3Б [93]

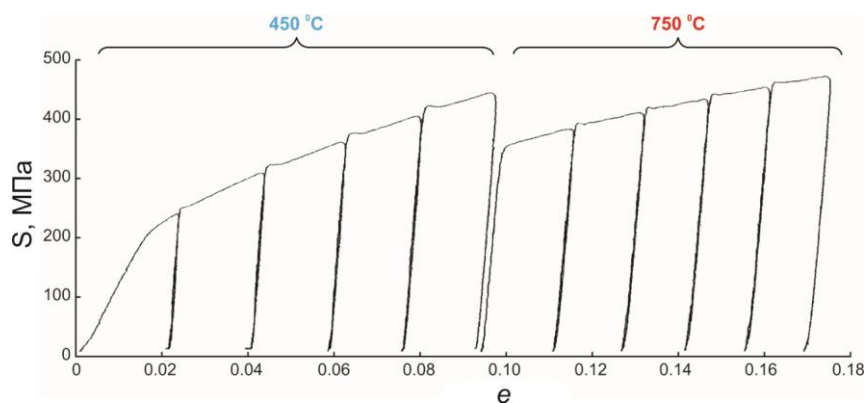


Рисунок 65. Кривые «напряжение-деформация» стали с РАПЭ, полученные с использованием вспомогательной диаграммы по схеме ТМО-Д1 [93]

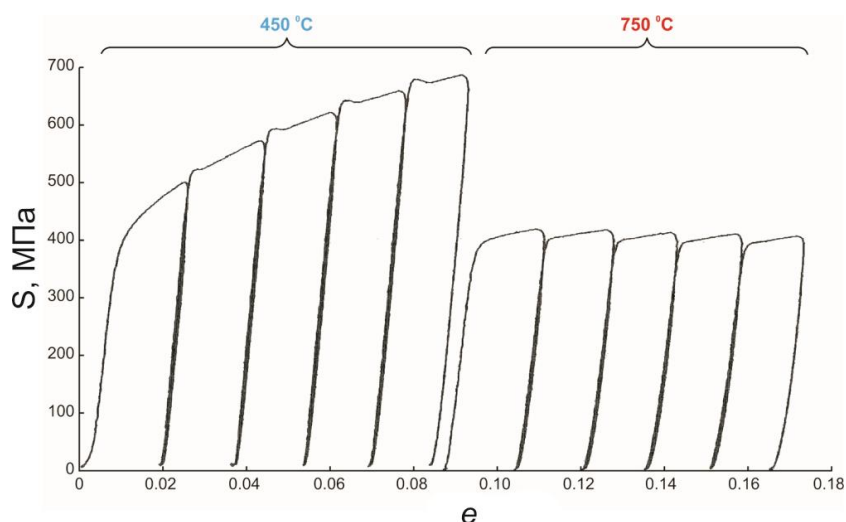


Рисунок 66. Кривые «напряжение-деформация» стали с РАПЭ, полученные с использованием ТМО с температурой аустенизации 850 °С (ТМО-Д4) [94]

В отсутствии предварительной деформации при 450 °С (в соответствии со схемой ТМО-1Б, см. рисунок 64 б), деформационное упрочнение стали в процессе горячей деформации при температуре 750 °С проявляется значительно слабее – $S_{\max}$ повышается с 228 до 385 МПа. Кривая течения на этой стадии ТМО описывается уравнением ($R^2 = 0,978$):

$$S_{\max} = 234e^{0,219} \quad (5)$$

При этом больший показатель степени деформационного упрочнения $n = 0,22$ свидетельствует о большей склонности стали к упрочнению при 750 °С, чем при деформации по схеме ТМО-1А (с предварительной деформацией при 450 °С).

В отсутствии выдержки перед деформацией при 750 °С (т.е. после нагрева до 750 °С осуществлялась немедленная деформация, в соответствии со схемой ТМО-Д1, см. рисунок 65), прочность стали на первом этапе деформации понижалась до $S_{\max} = 379$ МПа, что на 14 % ниже значения $S_{\max}$, достигнутого за счет деформации при 450 °С, а при следующих 4-х этапах деформации повышалась до 469 МПа, достигая такого же уровня прочности, как и в случае выдержки перед деформацией. Кривая течения на этой стадии

ТМО описывается уравнением ($R^2 = 0,985$):

$$S_{\max} = 351,8e^{0,139} \quad (6)$$

При этом показатель степени деформационного упрочнения n составил 0,14, что, естественно, выше, чем при использовании схемы ТМО с выдержкой перед деформацией при 750 °С.

Иное механическое поведение стали наблюдается при использовании промежуточного охлаждения до комнатной температуры после деформации при температуре 450 °С, с последующим медленным (1 °С/с) нагревом до 750 °С и выдержкой при этой температуре в течение 15 минут (в соответствии со схемой ТМО-2А, см. рисунок 64 в) [93, 323]. В этом случае уже на первом этапе горячей деформации при 750 °С прочность ($S_{\max} = 511$ МПа) на 10 % превышает прочность, достигнутую на последнем этапе деформации при 450 °С ($S_{\max} = 463$ МПа). При следующих 4-х этапах деформации при 750 °С уровень упрочнения заметно не изменяется при показателе степени деформационного упрочнения n близким к нулю. Таким образом, предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и медленным нагревом до 750 °С стабилизирует состояние горячего упрочнения в процессе последующей горячей деформации при 750 °С [93].

Максимальный уровень упрочнения стали при 750 °С достигается с использованием схемы ТМО-3А, отличающейся от схемы ТМО-2А быстрым (50 °С/с) нагревом до 750 °С после деформации при температуре 450 °С и охлаждения до комнатной температуры. В этом случае уже на первом этапе деформации при 750 °С прочность ($S_{\max} = 656$ МПа) существенно (на 40 %) превышает прочность, достигнутую на последнем этапе деформации при 450 °С ($S_{\max} = 467$ МПа). При следующих 4-х этапах деформации при 750 °С уровень упрочнения заметно не изменяется при показателе степени деформационного упрочнения n близким к нулю (рисунок 64 д). Таким

образом, предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом до 750 °С усиливает и стабилизирует состояние горячего упрочнения в процессе последующей деформации при 750 °С [93, 323].

Без предварительной деформации при 450 °С, независимо от скорости нагрева после промежуточного охлаждения, (схемы ТМО-3Б и ТМО-3В) в процессе деформации при 750 °С происходит горячее упрочнение, без стабилизации состояния горячего упрочнения (см. рисунок 64 г, е). Показатель деформационного упрочнения n больше, чем при использовании схемы ТМО без предварительной деформации при 450 °С. Достигнутое в процессе деформации при 750 °С значение $S_{\max}$ такое же, как при использовании предварительной деформации при 450 °С (в случае скорости нагрева 1 °С/с на температуру 750 °С), или ниже на 28 % (в случае скорости нагрева 50 °С/с на температуру 750 °С).

Понижение температуры аустенизации с 1150 до 850 °С (схема ТМО-Д4) приводит к большему максимальному упрочнению в процессе многократной деформации при 450 °С: – $S_{\max}$ повышается с 500 до 686 МПа – в 1,4 раза. Кривая течения на этой стадии ТМО описывается уравнением ($R^2 = 0,999$):

$$S_{\max} = 451,7e^{0,208} \quad (7)$$

При этом показатель степени деформационного упрочнения $n = 0,21$, что почти в 2 раза меньше, чем для температуры аустенизации 1150 °С. Однако в отличие от схем ТМО с температурой аустенизации с 1150 °С, в процессе последующей деформации при 750 °С происходит существенное разупрочнение: на первом этапе деформации при 750 °С уровень упрочнения $S_{\max} = 421$ МПа, что почти на 40 % ниже достигнутого за счет предварительной деформации при 450 °С. При следующих четырех этапах деформации наблюдается дальнейшее разупрочнение: $S_{\max}$ уменьшается до 409 МПа. Таким образом, температура аустенизации 850 °С не обеспечивает

эффекта сохранения горячего упрочнения в стали с РАПЭ [93].

Таким образом показано, что для сталей с РАПЭ в диапазоне температур 450–750 °С возможны три варианта поведения горячего упрочнения: усиление, стабилизация и усиление с дальнейшей стабилизацией, а используя разные схемы ТМО, можно управлять состоянием горячего упрочнения сталей с РАПЭ.

5.3 Изменение структуры стали с РАПЭ при горячей деформации

Как было отмечено выше, сформированную в ходе ТМО дислокационную субструктуру стали фиксировали при охлаждении на воздухе образца стали до комнатной температуры. После аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-ДЗ) на ТЭМ-изображениях стали наблюдается субструктура бейнита различной морфологии с большой плотностью дислокаций (рисунок 67 а). На рисунке видна сильно деформированная структура, присутствуют как скопления отдельных дислокаций, так колонии дислокаций (указаны стрелками на рисунке). Кроме участков бейнита в структуре наблюдаются и мартенситные иглы. Следует отметить, что дислокации распределены не хаотично, а в основном расположены по границам бывшего аустенитного зерна. Выявлены области аустенита с двойниками (рисунок 67 б). При этом есть области с продуктами распада аустенита (рисунок 67 б, г) и области, в которых распад аустенита не произошел, а внутри зерна аустенита присутствует много дислокаций (рисунок 67 б, в). Так, на рисунке 67 г видна граница зерна и продукты распада аустенита; между частицами карбида расположено зерно феррита. Дисперсных частиц в структуре не выявлено, однако наблюдаются частицы карбонитридов ниобия субмикронного размера (рисунок 67 г), которые, по-видимому, не растворились при аустенизации [93].

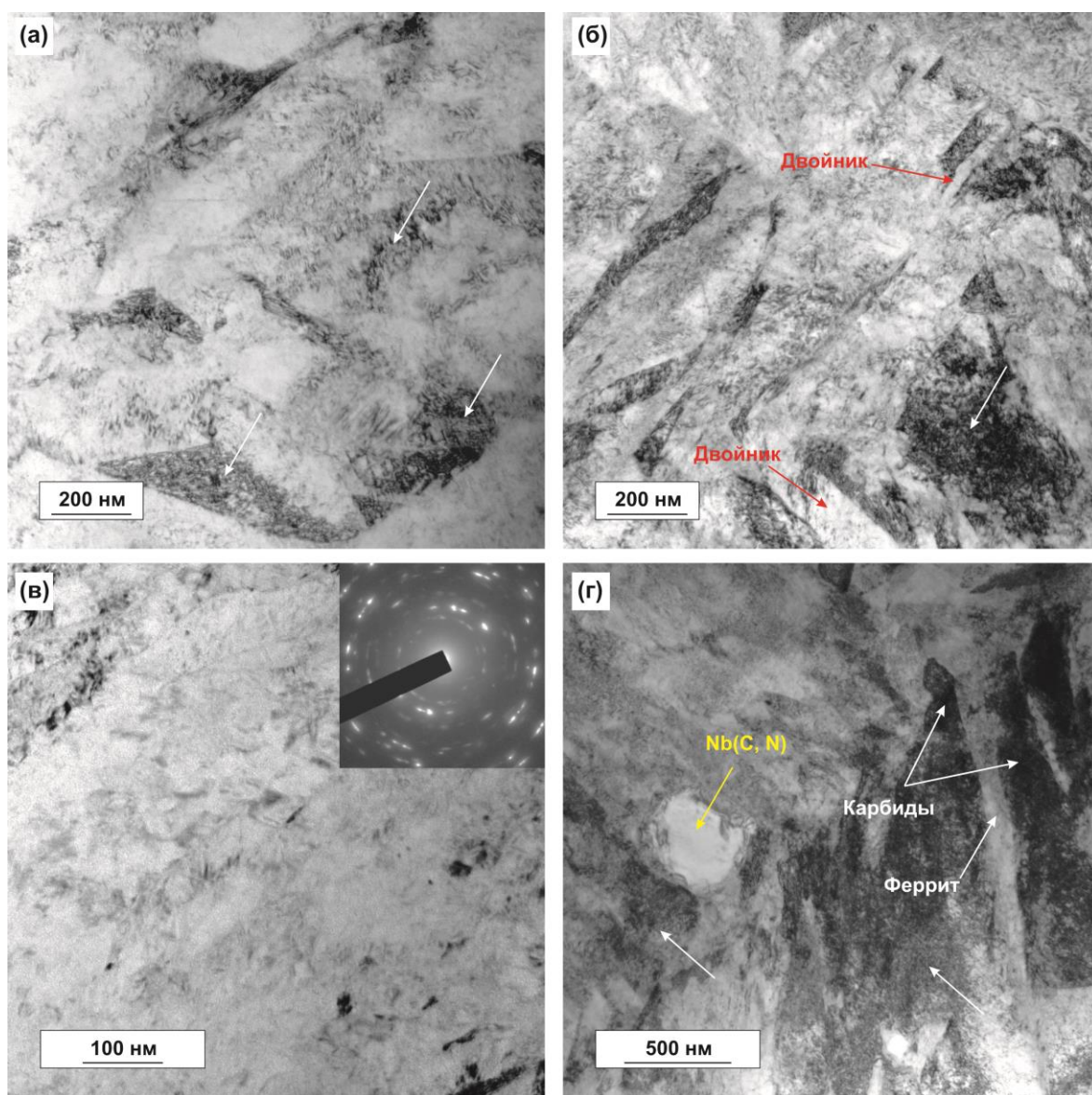


Рисунок 67. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-Д3) [93]

По данным рентгеновского фазового анализа после постдеформационного охлаждения с температуры 450 °С до комнатной в структуре стали присутствует α -Fe твердый раствор и остаточный аустенит с объемной долей около 15 % [321].

Подобная структура наблюдается и после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С, медленного нагрева до 750 °С, выдержки (без деформации) и охлаждения до комнатной температуры – ТМО-Д2 (рисунок 68). Таким образом, дислокационная структура,

сформированная при деформации при 450 °С, сохраняется после нагрева до температуры 750 °С и выдержки при этой температуре.

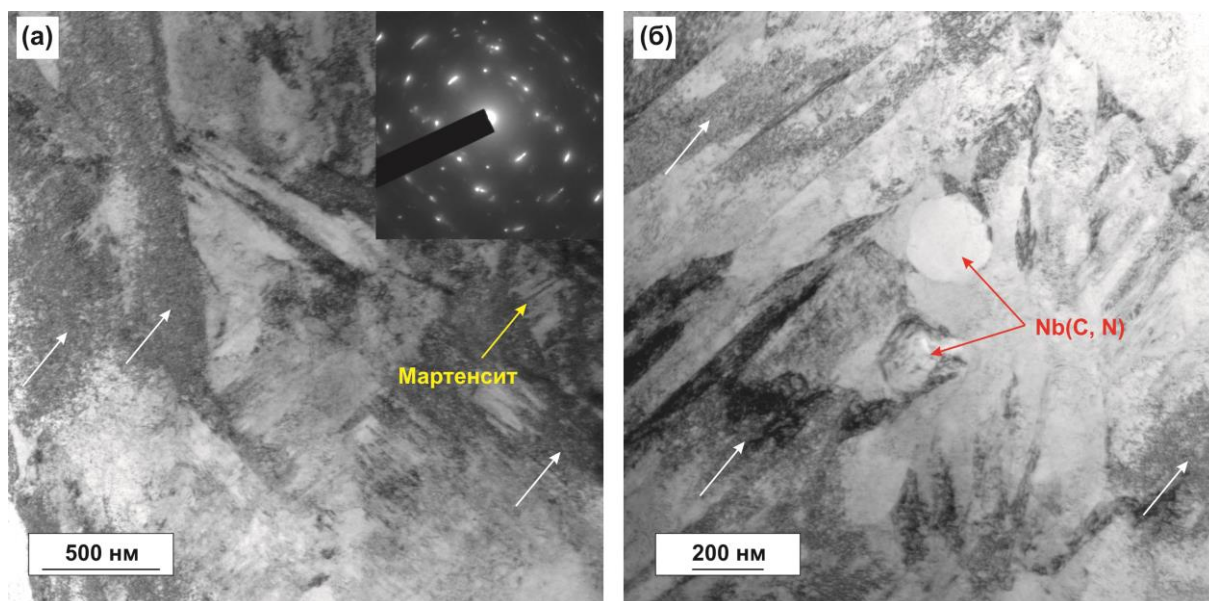


Рисунок 68. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С, нагрева до 750 °С, выдержки и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-Д2) [93]

После аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С, медленного нагрева до температуры 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (схема ТМО-1А) в стали формируется субструктура с участками бейнита различной морфологии и высокой плотностью кристаллических дефектов (рисунок 69). Внутри некоторых субзерен видны иглы мартенсита, что свидетельствует о локальном мартенситном превращении. Качественная оценка свидетельствует о большей плотности дислокаций в структуре после деформации при более высокой температуре 750 °С по сравнению с деформацией при более низкой температуре 450 °С. В структуре также наблюдается ультрадисперсная бейнитная структура, состоящая из очень тонких пластин толщиной 10–20 нм и образованная в результате распада аустенита в нижней области температур бейнитного превращения. Объемная

доля остаточного аустенита в структуре стали после охлаждения до комнатной температуры составляет около 5 %. Кроме этого в структуре стали выявлены многочисленные наноразмерные выделения типа сложных карбидов или фаз Лавеса размером 20–50 нм. Все выявленные частицы обогащены одними и теми же тугоплавкими элементами – Nb, V, Ti и Mo, что подтверждается картами распределения химических элементов, полученными МРСА в режиме сканирования (рисунок 70). При этом массовая доля Ti и V в них наибольшая, а Nb – наименьшая. Такие же частицы выявлены в структуре стали после ТМО-Д1, отличающейся от ТМО-1А отсутствием выдержки перед деформацией при 750 °С [93].

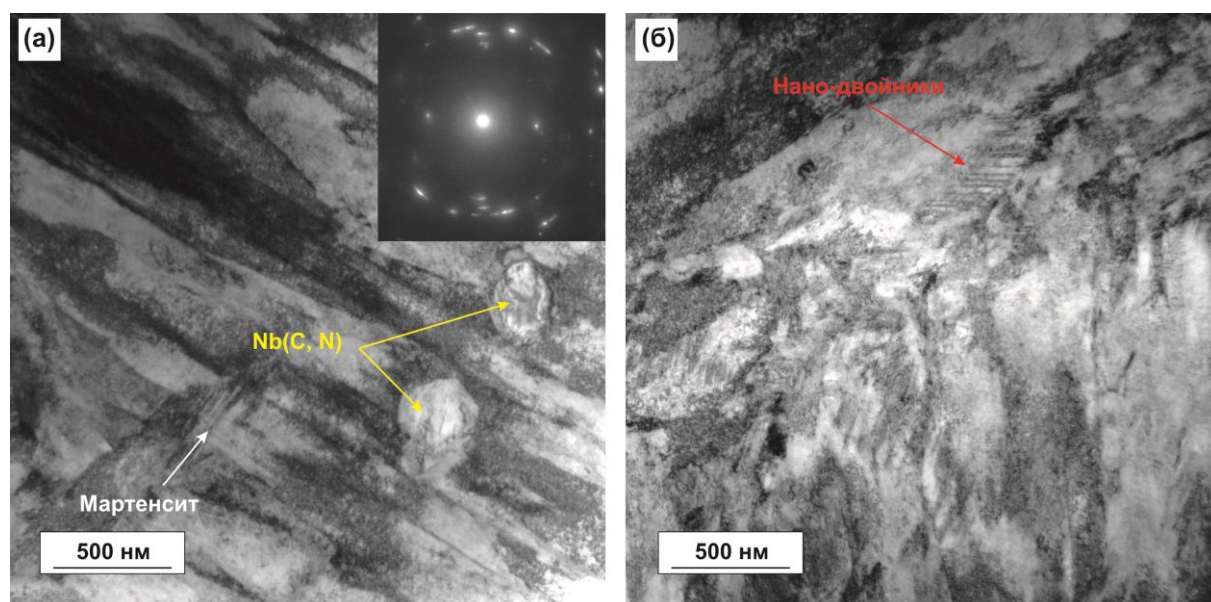


Рисунок 69. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 и 750 °С и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-1А) [93]

После аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С, охлаждения до комнатной температуры, быстрого нагрева до 750 °С, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-3А) в структуре стали также наблюдаются наноразмерные выделения, причем их количество больше, чем в структуре стали без промежуточного охлаждения. Кроме того,

в структуре выявлены искажения решетки (нанокластеры) размером менее 5 нм (рисунок 71).

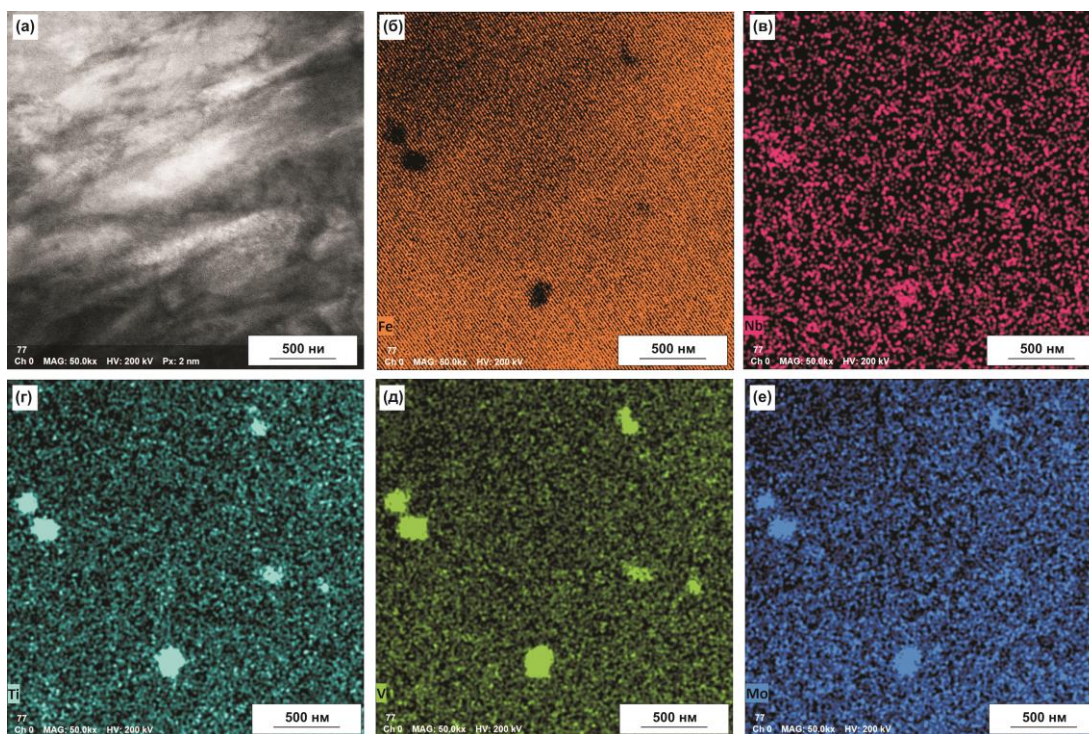


Рисунок 70. Карты распределения химических элементов в стали с РАПЭ после ТМО-1А: а – Nb; б – Ti; в – V; г – Mo [93]

Подобные частицы выявлены и в структуре стали после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С, охлаждения до комнатной температуры, медленного нагрева до 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-2А) (рисунок 72 а, б). Также как в предыдущем случае (ТМО-3А) наблюдается бейнитно/мартенситная структура с высокой плотностью дислокаций и наследственность аустенитного зерна. Однако, в этом случае процессы перестройки дислокационной структуры с формированием границ (полигонизация, рекристаллизация) более развиты (рисунок 72 в). Возможно, эти процессы проходят при медленном нагреве. Также хорошо видно, что дислокации заполняют аустенитные двойники (рисунок 72 г).

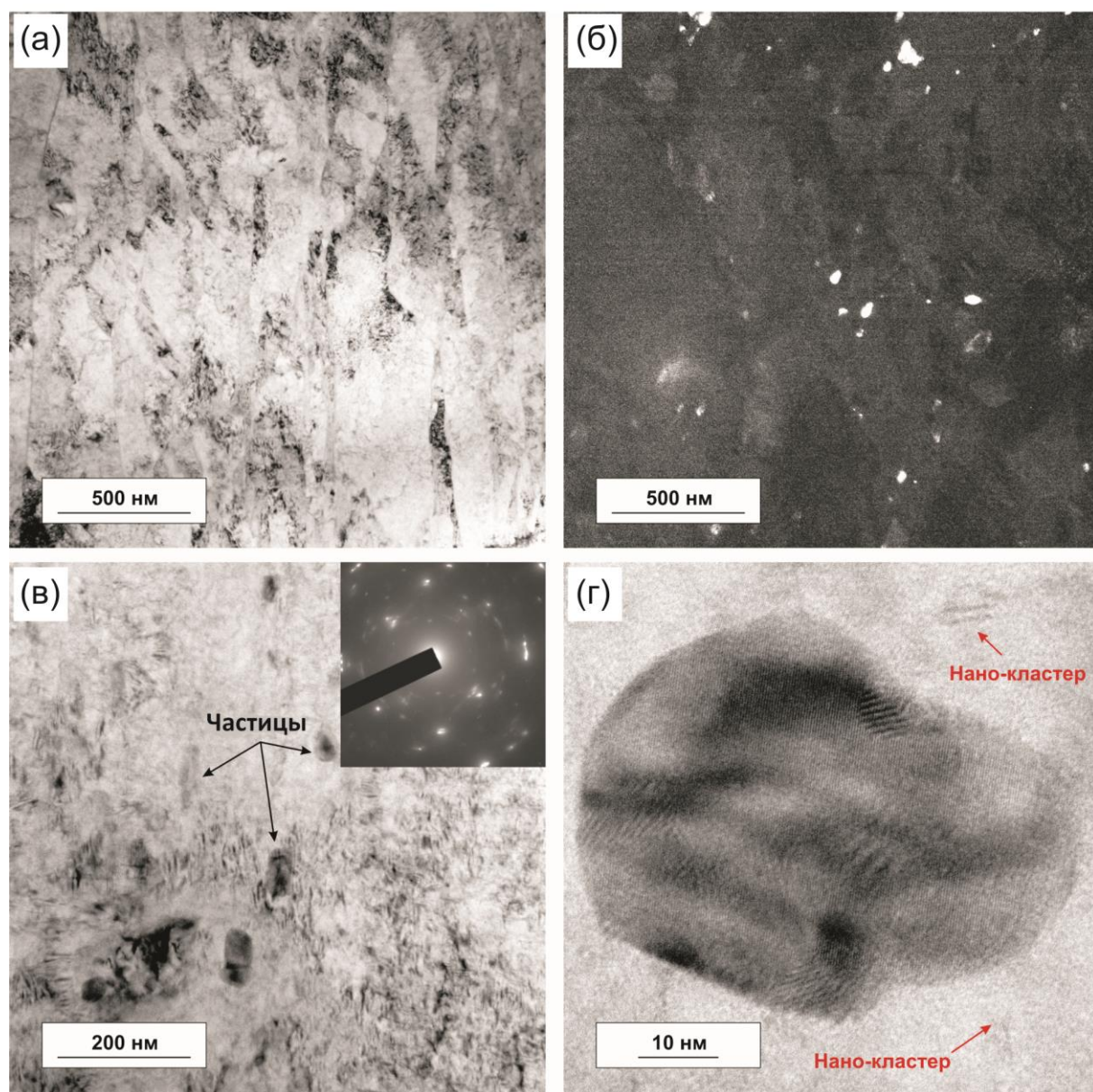


Рисунок 71. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, быстрого нагрева до 750 °С, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-3А): а, в – участки микроструктуры в светлом поле; б – участок микроструктуры в темном поле в рефлексах вторых фаз; г – нанофазная частица и нанокластеры (указаны стрелками) [93]

В структуре стали после аустенизации при 850 °С, выдержки и деформации при 450 °С, нагрева до 750 °С, выдержки, последующей деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-Д4) выявлены многочисленные частицы карбидов размером 20–150 нм (рисунок 73).

Карбиды имеют разный состав: комплексные карбиды хрома и марганца, карбиды ванадия и карбиды молибдена. Эти карбиды присутствовали в структуре стали в исходном состоянии и не растворились в процессе аустенизации. При этом дислокаций в структуре заметно меньше, чем для ТМО с температурой аустенизации 1150 °С. Наблюдается направленность распада аустенита; сохраняется наследственный контур зерна аустенита [93].

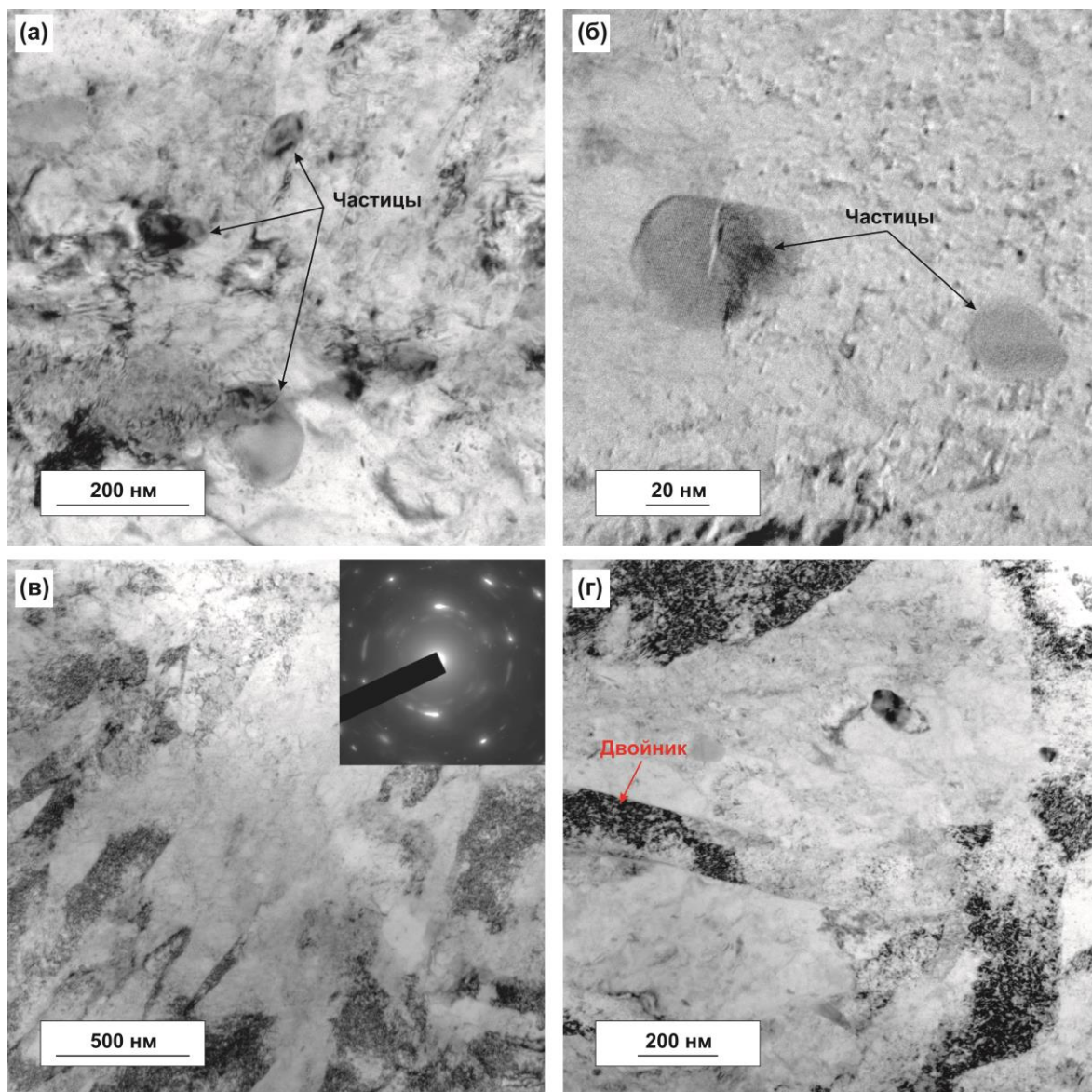


Рисунок 72. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, медленного нагрева до 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-2А) [93]

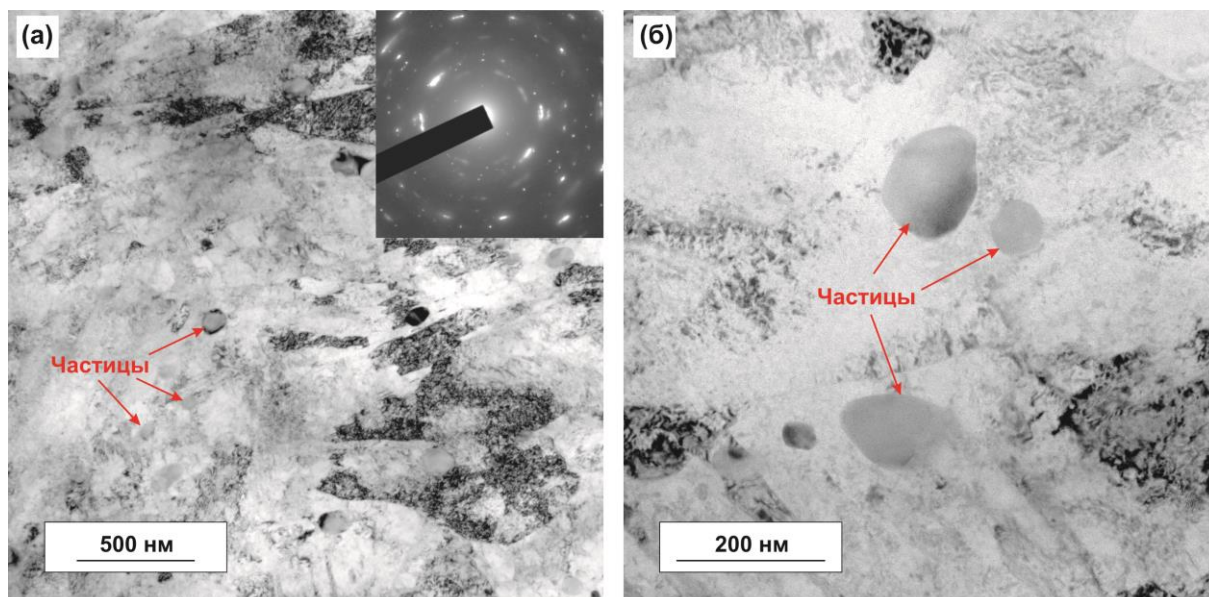


Рисунок 73. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 850 °С, деформации при 450 °С, нагрева до 750 °С, выдержки, деформации и охлаждения до комнатной температуры (ТМО-Д4) [93]

5.4 Механизмы сохранения высокотемпературной прочности в стали с РАПЭ

Проведенные исследования структурно-фазовых превращений в стали с РАПЭ в процессе ТМО позволили выявить основные процессы и факторы, обеспечивающие сохранение горячего упрочнения.

Согласно полученным результатам, важнейшим фактором, влияющим на наличие/отсутствие горячего упрочнения в исследуемой стали является температура аустенизации. По данным дилатометрических исследований, в процессе нагрева до 1150 °С сталь претерпевает $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение и полностью переходит в аустенитное состояние. При этом происходит растворение карбидов и интерметаллидов, присутствовавших в стали исходного состояния (кроме наиболее труднорастворимых фаз) [321]. Это приводит к обогащению аустенита легирующими элементами и стабилизации переохлажденного аустенита. За счет этого при последующем охлаждении до 450 °С в стали отсутствуют фазовые превращения, т.е. сталь сохраняет

аустенитную структуру. Эта стадия деформации соответствует аналогичному процессу низкотемпературной ТМО [325]. Аустенит при таких температурах хорошо деформируется, при этом сильно возрастает плотность дислокаций, что обеспечивает наклепанное состояние. После охлаждения стали с температуры 450 °С до комнатной температуры образуется бейнито-мартенситная структура, как результат распада аустенита по бейнитно-мартенситному механизму. Таким образом, наблюдаемая после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры дислокационная структура стали унаследована α -фазой (бейнитом/мартенситом) от горячедеформированного аустенита [93].

Согласно полученным результатам, степень наклепа стали с РАПЭ достигнутая в ходе деформации при 450 °С в структуре аустенита сохраняется при нагреве до температуры 750 °С и усиливается в ходе последующей деформации при температуре 750 °С, что обеспечивает высокое сопротивление пластической деформации стали с РАПЭ при температуре 750 °С [93, 323].

В процессе ТМО на участке 750 °С предполагается прохождение 2-х противоположных процессов: разупрочнение за счет полигонизации, динамической рекристаллизации, снижения напряжения Пайерлса-Набарро, облегчения поперечного скольжения и других механизмов и упрочнение за счет повышения плотности дислокаций от деформации [77, 85-87, 321]. Процессы динамического возврата и полигонизация обычно проходят при малых степенях горячей деформации, при чем это наиболее типично для сплавов с высокой энергией дефекта упаковки, например, содержащих никель и хром [326]. Напротив, процессы динамической рекристаллизации характерны для металлов и сплавов с низкой энергией дефекта упаковки и высокой подвижностью границ зерен [85]. Так, проведенная в рамках данного исследования обработка аустенитной стали 08X18H10T (AISI 321) по схеме ТМО-1А показала, что хотя данная сталь упрочняется при температуре 750 °С, ее максимальный уровень упрочнения при этой

температуре оказался ниже на 11 %, чем уровень упрочнения достигнутый при температуре 450 °С (рисунок 74). При этом на каждом следующем цикле деформации при 750 °С величина напряжения вначале уменьшается, а $S_{\max}$ при обеих температурах (450 и 750 °С) существенно ниже, чем для стали с РАПЭ.

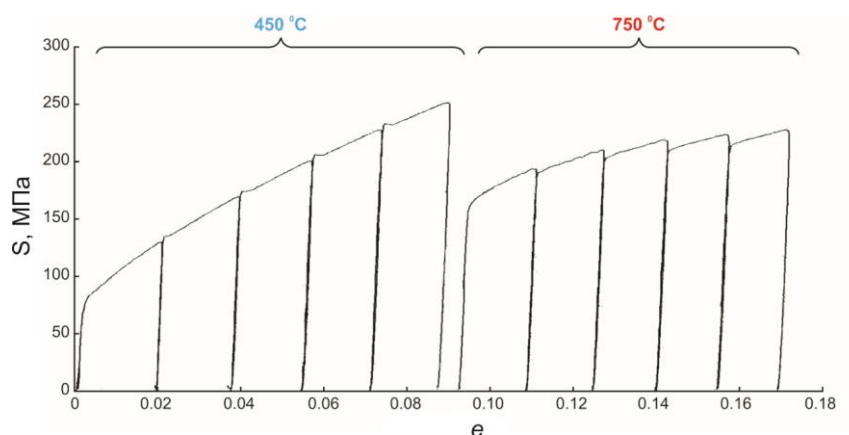


Рисунок 74. Кривые «напряжение-деформация» для стали 08X18H10T (AISI 321), полученные с использованием ТМО-1А [93]

Напротив, эффект сохранения горячего упрочнения в стали с РАПЭ свидетельствует о том, что сформированная горячей деформацией дислокационная субструктура устойчива к нагреву, а процессы полигонизации и динамической рекристаллизации сильно замедляются, т.е. процесс горячего упрочнения превалирует над процессом разупрочнения. Об этом свидетельствуют и ТЭМ-изображения микроструктуры стали с РАПЭ, полученные после ТМО и охлаждения до комнатной температуры с температуры 750 °С: в структуре сохраняется очень высокая плотность дислокаций, а процессы перестройки дислокационной структуры выражены слабо. При этом такие структурные особенности не зависят от наличия или отсутствия выдержки (15 мин) перед деформацией при 750 °С. Это подтверждает сохранение наклепанного при 450 °С состояния при последующем нагреве до 750 °С. Напротив, выдержка перед горячей деформацией только усиливает склонность к горячему упрочнению.

Термическая устойчивость наклепанного при температуре 450 °С состояния, по-видимому, обусловлена действием примесных атомов тугоплавких элементов (Ni, Cr, Mo, V, Ti, Nb) или их сегрегаций, вызывающих искажения в кристаллической решетке сильно легированного аустенита (что наблюдается в виде нанокластеров на ТЭМ-изображениях, см. рисунок 71 з). Это возможно при их равномерном распределении в объеме стали при среднем расстоянии между ними меньшем, чем величина среднего пути свободного пробега дислокаций. При выполнении этих условий примесные атомы могут эффективно сдерживать дислокации при температуре 750 °С, тем самым затрудняя динамические процессы, включая процессы динамической полигонизации и рекристаллизации [93].

Предложен следующий механизм сохранения высокотемпературной прочности стали с РАПЭ [93]. В процессе аустенизации при температуре 1150 °С происходит растворение частиц карбидов/интерметаллидов в аустените, что приводит к обогащению твердого раствора элементами, входящих в состав частиц, и как результат к стабилизации аустенита при последующем охлаждении до 450 °С. Избыток примесных атомов легирующих элементов (и возможно их сегрегаций) в структуре аустенита, вызывая искажения в его кристаллической решетке, приводит к образованию больших скоплений и колоний дислокаций при деформации. Кроме этого образованию таких областей может способствовать неоднородность химического состава стали, сохраняющаяся из-за небольшого времени выдержки (20 мин). Причина – растворение частиц приводит к возникновению локальных областей твердого раствора (на месте частиц), обогащенных элементами, входящих в состав частиц. Высокотемпературные наложенные деформации влияют на морфологию структуры после охлаждения. Структура неравновесна как по составу, так и по морфологии, т.е. эти деформации по-разному влияют на механизмы превращений. Деформация определяет текстуру, которая сохраняется после охлаждения образца. Сгенерированные дислокационные барьеры препятствуют распаду

аустенита по диффузионному или бездиффузионному механизму. Однако дислокации могут, как формировать границы зерна, так и тормозить его рост. Хотя в структуре стали и наблюдаются области с признаками процессов перестройки дислокационной структуры и формированием границ (полигонизация/рекристаллизация), в основном дислокации не образуют границ и сдерживают процессы полигонизации/рекристаллизации. Подтверждением того, что дислокации способствуют стабилизации горячего наклёпа, является и то, что дислокации заполняют двойники в зерне аустенита, либо группируются по границам двойника, тем самым, затрудняя перестройку зерна аустенита. При этом колонии дислокаций могут играть и вторую роль – на них зарождаются частицы упрочняющих фаз при последующей высокотемпературной деформации. Расположение многих наноразмерных частиц в скоплениях дислокаций, наблюдаемых на ТЭМ-изображениях, имеет направленность. Это и может являться следствием того, что выделение частиц инициируется направленной деформацией. Влияние деформации на процесс выделения частиц широко представлено во многих исследованиях [327-332].

Напротив, снижение температуры аустенизации с 1150 до 850 °С не обеспечивает растворение всех вторых фаз (карбидов/интерметаллидов) и обогащения аустенита легирующими элементами, что необходимо для его стабилизации при охлаждении [93]. Это приводит к частичному распаду аустенита при его охлаждении до температуры 450 °С, а пластическая деформация стали при температуре 450 °С в этом случае осуществляется в двухфазной ($\alpha + \gamma$)-области. Это, с одной стороны, способствует большему деформационному упрочнению стали при температуре 450 °С и достижению большей прочности (в том числе за счет наличия дисперсных карбидов), с другой стороны, не способствует накоплению дислокаций и не обеспечивает эффект сохранения упрочненного состояния при последующих нагревах до более высоких температур. Пониженная плотность дислокаций в структуре не затрудняет процесс распада аустенита. Менее насыщенный химическими

элементами аустенит не формирует достаточной плотности дислокаций при деформации и способствует бейнитно/мартенситному превращению, а не стабилизации процесса распада аустенита [93].

Таким образом, влияние температуры аустенизации на горячее упрочнение заключается в стабилизации переохлажденного аустенита, накоплении высокой плотности дислокаций при высокотемпературной деформации и обеспечении условий для выделения упрочняющих фаз в процессе термомеханической обработки [321].

Очевидно, что после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, последующих нагрева и деформации при 750 °С, как с выдержкой перед деформацией (ТМО-1А), так и без выдержки (ТМО-Д1), в стали сохраняется структура аустенита, и пластическая деформация стали при температуре 750 °С осуществляется полностью в аустенитной области. Однако наличие или отсутствие выдержки перед деформацией при 750 °С приводит к различию формы кривых «напряжение-деформация» (схемы ТМО-1А и ТМО-Д1). А именно отсутствие выдержки при температуре 750 °С приводит на первом этапе последующей деформации к снижению уровня упрочнения. При этом независимо от наличия/отсутствия выдержки при температуре 750 °С, уровень прочности на последнем (пятом) этапе деформации в обоих случаях будет сопоставим (т.е. последующие этапы деформации приводят к повышению уровня прочности до сопоставимого уровня). Учитывая, что время воздействия температуры на металл перед деформацией при 750 °С для схемы ТМО-1А существенно больше (~ 900 с), чем для ТМО-Д1 (~ 1 с), причина наблюдаемых различий в механическом поведении может заключаться во влиянии термически активируемых процессов. По-видимому, выдержка перед деформацией способствует выделению упрочняющих фаз, устойчивых к растворению и коалиценции при нагреве до температуры 750 °С, что обеспечивается их химическим составом (на основе тугоплавких элементов). Таким образом, эти фазы оказывают важное влияние на устойчивость наклепанного при температуре 450 °С состояния к

последующим нагревам, фактически, «закрепляя» уровень горячего упрочнения и сохраняя его при нагреве до более высокой температуры. Малое время воздействия температуры для ТМО-Д1 не способствует дополнительному выделению упрочняющих фаз, что приводит к некоторому разупрочнению стали при нагреве до температуры 750 °С. Однако, учитывая, что независимо от наличия/отсутствия выдержки перед деформацией при 750 °С, в обоих случаях в структуре стали наблюдаются наноразмерные частицы фаз. Следовательно, такие упрочняющие дисперсные фазы выделяется как при выдержке при температуре 750 °С, так и при самой деформации при этой температуре. В этом случае выдержка стали с РАПЭ при высоких температурах (750 °С) не ускоряет, а наоборот замедляет процессы разупрочнения [93].

Таким образом, выделение упрочняющих фаз в стали с РАПЭ происходит:

- в процессе выдержки при температуре 750 °С;
- непосредственно в процессе горячей деформации при 750 °С; при этом промежуточное охлаждение после деформации при температуре 450 °С усиливает неравновесное состояние и интенсифицирует процесс выделения частиц при последующей деформации при 750 °С.

Выделение частиц из твердого раствора в процессе ТМО при температуре 750 °С приводит к уменьшению стабильности аустенита, что объясняет уменьшение его количества аустенита в структуре стали после охлаждения с температуры 750 °С.

Промежуточное охлаждение с температуры 450 °С до комнатной температуры с последующим нагревом до температуры 750 °С оказывает существенное влияние на горячее упрочнение, а именно приводит к его стабилизации. При этом стабилизация состояния горячего упрочнения наблюдается независимо от скорости нагрева. Увеличение скорости нагрева с 1 до 50 °С/с вызывает дополнительное повышение уровня прочности стали при 750 °С [93, 323]. По данным рентгеновского фазового анализа, после

деформации при 450 °С и охлаждения до комнатной температуры в структуре стали присутствует около 15 % аустенита. Следовательно, при быстром нагреве до 750 °С последующая деформация при этой температуре осуществляется в двухфазной ($\alpha + \gamma$) области, т.к. ускоренный нагрев препятствует полному $\alpha \rightarrow \gamma$ превращению. В случае медленного нагрева, очевидно, идет $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение, следовательно, деформация при 750 °С осуществляется в преимущественно аустенитном состоянии, так же и для схем ТМО без промежуточного охлаждения с температуры 450 °С [321]. Таким образом, можно отметить следующий факт: промежуточное охлаждение вызывает стабилизацию горячего упрочнения при температуре 750 °С с показателем деформационного упрочнения $n \sim 0$ независимо от деформации в γ - или ($\gamma + \alpha$)-области. В этом случае важную роль, очевидно, играет наличие полиморфного превращения – распада аустенита по бейнито-мартенситному механизму и фазовый наклеп от последующего $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения. Кроме этого, согласно ТЭМ-анализу, промежуточное охлаждение интенсифицирует процесс выделения дисперсных частиц при деформации при 750 °С, которые безусловно также способствуют стабилизации горячего упрочнения и повышению его уровня. Образовавшаяся при промежуточном охлаждении бейнитно-мартенситная структура содержит избыточное число дефектов и, следовательно, большое число областей зарождения частиц вторых фаз. Это объясняет наблюдаемое увеличение выделившихся наноразмерных частиц в структуре стали по сравнению со схемами ТМО без промежуточного охлаждения.

Возможность наследования наклепа (холодного) через одно или несколько фазовых превращений была впервые продемонстрирована и обсуждена в работе [333]. Полученные в данной работе результаты свидетельствуют, что такое наследование возможно и для горячего наклепа.

В то же время деформация при температуре 750 °С в двухфазной ($\gamma + \alpha$)-области (после быстрого нагрева на температуру 750 °С) способствует максимальному упрочнению стали по сравнению с деформацией в

однофазной γ -области. Это связано с наличием дополнительных межфазных границ и разными свойствами фаз феррита и аустенита, что приводит к несовместимости деформации и генерации дополнительных дислокаций. Фаза феррита имеет более низкую термическую прочность и более высокую энергию дефекта упаковки, что делает ее более склонной к группированию дислокаций и динамическому возврату во время высокотемпературной деформации. Напротив, фаза аустенита имеет более высокую термическую прочность и более низкую энергию дефекта упаковки во время высокотемпературной деформации, что делает дислокации более склонными к запутыванию, в результате чего такие процессы, как динамический возврат, часто подавляются [67, 87, 107, 108]. Таким образом, высокотемпературная деформация в двухфазной ($\gamma+\alpha$)-области повышает напряжение течения и способствует большему упрочнению.

Итак, определены механизмы/процессы, оказывающие влияние на стабилизацию горячего упрочнения в стали с РАПЭ:

(1) Деформационное упрочнение аустенита при температурах 450 и 750 °С ($\Delta_{\text{деформ}}$). Определенное распределение примесных атомов легирующих элементов в кристаллической решетке аустенита и/или их сегрегации затрудняют перемещение дислокаций и прохождение процессов динамической полигонизации и рекристаллизации, тем самым обеспечивая сохранение упрочненного состояния при 750 °С;

(2) Дисперсионное и нанофазное упрочнение аустенита при температуре 750 °С ($\Delta_{\text{дисп.}}$). Выделяющиеся при выдержке при 750 °С перед деформацией или в процессе самой деформации дисперсные частицы и образующиеся нанокластеры (локальные искажения кристаллической решетки) затрудняют перемещение дислокаций и способствуют дополнительному упрочнению стали при 750 °С;

(3) Упрочнение от полиморфных превращений. Фазовый наклеп при $\alpha \rightarrow \gamma$ и $\gamma \rightarrow \alpha$ превращениях, реализуемый за счет охлаждения до комнатной температуры после деформации при 450 °С и медленного нагрева до

температуры 750 °С, обеспечивает стабилизацию наклепанного состояния ($\Delta_{\text{полиморф.}}$);

(4) Деформация в двухфазной ($\gamma+\alpha$)-области, реализуемая за счет охлаждения до комнатной температуры после деформации при 450 °С и быстрого нагрева до температуры 750 °С, обеспечивает дополнительное упрочнение наклепанного состояния ($\Delta_{\gamma+\alpha}$) [93].

Полученные результаты позволили количественно оценить вклад каждого из механизмов/процессов в общий эффект горячего упрочнения стали при температуре 750 °С. При этом следует учитывать, что некоторые из механизмов/процессов могут действовать одновременно, что затрудняет точную количественную оценку вклада каждого из них.

Такую оценку проводили для небольшой степени истинной деформации ($e = 0,02$). Это связано с тем, что с увеличением степени деформации начинается наложение друг на друга указанных процессов. За 100 % величины горячего упрочнения при 750 °С принимали разницу между максимальным упрочнением 659 МПа (ТМО-3А) и минимальным (базовым) упрочнением 228 МПа (ТМО-1Б). Принцип проведения оценки показан на рисунке 75.

Общий уровень упрочнения рассчитывали по формуле:

$$\sigma = \sigma_0 + \Delta_{\text{strain}} + \Delta_{\text{prec}} + \Delta_{\text{polym}} + \Delta_{\gamma+\alpha} \quad (8)$$

- Величину деформационного упрочнения определяли как разницу между упрочнением 390 МПа при ТМО-Д1 (при которой вклад дисперсионного упрочнения невелик) и минимальным (базовым) упрочнением 228 МПа (ТМО-1Б);

- Величину дисперсионного упрочнения определяли как разницу между упрочнением 472 МПа при ТМО-1А (когда в процессе выдержки перед деформацией при 750 °С происходит выделение дисперсных частиц) и упрочнением 390 МПа при ТМО-Д1;

- Величину упрочнения от $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения определяли как разницу между упрочнением при 515 МПа при ТМО-2А и упрочнением 472 МПа при ТМО-1А. Следует отметить, что вклад упрочнения от $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения невозможно отделить от дисперсионного упрочнения, т.к. в этом случае выделение частиц интенсифицируется самой деформацией;
- Величину упрочнения от деформация в двухфазной $(\gamma + \alpha)$ -области определяли как разницу между упрочнением 659 МПа при ТМО-3А и упрочнением 515 МПа при ТМО-2А.

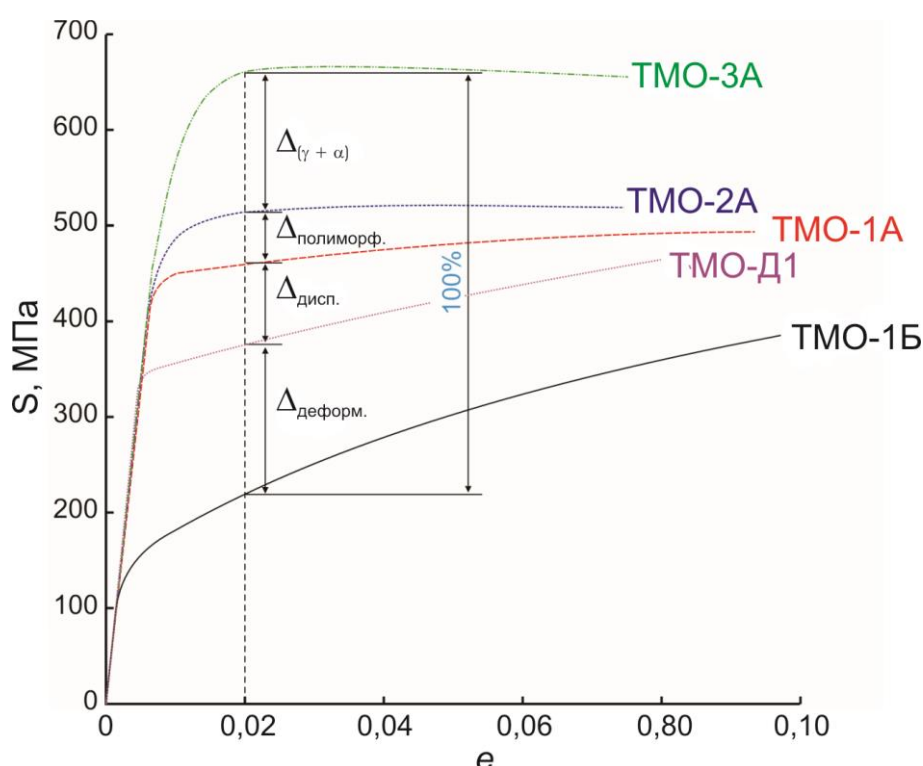


Рисунок 75. Вклад различных механизмов в горячее упрочнение стали с РАПЭ при температуре 750 °С [93]

Рассчитанные количественные значения вклада различных механизмов/процессов в горячее упрочнение стали при температуре 750 °С приведены в Таблице 15. При общей истинной деформации равной 0,02 их количественное влияние следующее: 37 % от общего вклада вносит деформационное упрочнение, 34 % – упрочнение при деформации в двухфазной $(\alpha + \gamma)$ -области, 19 % – дисперсионное и нанофазное упрочнение и

10 % – упрочнение от полиморфных превращения.

Таблица 15. Количественные значения вклада различных механизмов в горячее упрочнение стали с РАПЭ при температуре 750 °С

Механизм	Максимальное напряжение, МПа*	Вклад, %
Базовый уровень	228	0
Деформационное упрочнение	390	37
Дисперсионное и нанофазное упрочнение	472	19
Упрочнение от полиморфных превращений	515	10
Упрочнение от ($\gamma+\alpha$)-структуры	659	34
Итого		100

*для истинной степени деформации $e = 0,02$

Таким образом, проведенные в работе исследования сталей с РАПЭ (на примере схемы легирования Fe–C–Si–Cr–Ni–Mn–Mo–V–Ti–Nb) определили механизмы и кинетику их упрочнения при высокотемпературной деформации. В результате выявлено и экспериментально подтверждено явление стабилизации и усиления упрочнённого состояния при температурах выше критических температур A_{C1} . Его суть заключается в сохранении или даже усилении прочности стали, находящейся в γ - или ($\gamma + \alpha$) области, при более высоких температурах деформации (до 800 °С). На основе установленных механизмов и кинетики горячего упрочнения сталей с РАПЭ разработаны способы деформационно-термической обработки, позволяющие управлять деформационным упрочнением и прочностью сталей с РАПЭ при высоких температурах непосредственно в условиях прессования. Так аустенизация при температуре 1150 °С, выдержка и предварительная деформация при 450 °С с последующим охлаждением до комнатной

температуры и быстрым нагревом на температуру деформации 750 °С стабилизирует состояние горячего наклепа и способствует максимальному упрочнению стали при температуре 750 °С (до 650 МПа). Разработанный способ упрочнения защищен патентом РФ [334].

Проведена оценка ресурса горячего упрочнения стали с РАПЭ [335]. Для этого осуществляли деформационно-термическую обработку образцов по схеме сжатия, включающую этап предварительного горячего упрочнения (в интервале 450–750 °С) и этап длительной (9 циклов с истинной деформацией около 0,02 за цикл) горячей деформации (при 750 °С). Установлено, что в процессе длительной горячей деформации относительная величина разупрочнения образца составляет всего около 8 %. Это обеспечивает длительный период стабильной эксплуатации штампового инструмента из сталей с РАПЭ при температурах 450–750 °С (в 5–10 раз больший по сравнению с традиционными вольфрам-содержащими сталями, см. Приложение Г).

Таким образом, эффективное горячее упрочнения в сплавах можно обеспечить путем создания в нем неравновесного состояния в условиях высоких температур или горячей деформации, обеспечивающего механизмы стабилизации дислокационных структур при высоких температурах.

5.5 Выводы к Главе 5

1 Установлено, что эффект горячего упрочнения достигается у сталей с таким химическим составом и температурой аустенизации, которые влияют на степень растворения частиц карбидов/интерметаллидов и тем самым способствуют стабилизации переохлажденного аустенита, накоплению высокой плотности дислокаций при высокотемпературной деформации и обеспечению условий для выделения упрочняющих наноразмерных фаз в условиях высоких температур или в процессе высокотемпературной деформации.

2 Впервые выявлено и экспериментально продемонстрировано новое явление, которое ранее в металловедении считалось невозможным с точки зрения термодинамического равновесия – склонность сталей к накоплению дислокаций при высоких температурах, а не к их аннигиляции. За счет этого создаются условия сохранения высокопрочного состояния при высоких температурах.

3 Показано, что в сталях с РАПЭ в диапазоне температур 450–800 °С возможны три варианта поведения горячего упрочнения: усиление, стабилизация и усиление с дальнейшей стабилизацией, а за счет использования разных схем ТМО можно управлять состоянием горячего упрочнения в таких сталях. Это обеспечивает повышение рабочей температуры штампового инструмента из сталей с РАПЭ до 750–800 °С с увеличением ресурса стойкости инструмента в 5–10 раз по сравнению с традиционными высоколегированными штамповыми сталями.

4 Выявлены структурные факторы и механизмы горячего упрочнения в сталях с РАПЭ и определена доля каждого из них в комплексном упрочнении: деформационное упрочнение, упрочнение при деформации в двухфазной ($\alpha+\gamma$)-области, дисперсионное упрочнение и упрочнение от полиморфных превращения – фазового наклепа.

Общие выводы

1 Для сплавов разных классов предложен общий подход к обеспечению баланса высокой прочности и пластичности, разработаны практические способы управления таким балансом в широком диапазоне температур на основе создания структурно-фазового и субструктурного состояния материала, обеспечивающего одновременно упрочнение и процессы аккомодации при деформации, а также стабилизацию (сохранение) таких структур при повышенных температурах.

2 Выявлены структурные механизмы и факторы, обеспечивающие процессы аккомодации и повышения пластичности при деформации в разных сплавах: повышение однородности микро- и макроструктуры либо, напротив, создание градиентной или бимодальной структуры; формирование ультрамелкозернистой структуры по механизму динамической рекристаллизации с накоплением дислокаций на границах кристаллитов; формирование двойниковых и нанодвойниковых границ; рассеяние кристаллографической текстуры.

Для обеспечения термической устойчивости упрочненного состояния сплава и сохранения аккомодационной способности после нагрева наиболее эффективны структуры с повышенной объемной долей наноразмерных частиц в малодефектных динамически рекристаллизованных зернах и структуры склонные к выделению таких частиц при нагреве.

3 Предложены и реализованы на практике для различных сплавов способы достижения баланса прочности и пластичности за счет выбора химического состава материала, режимов его исходной термической обработки и последующей деформационной или деформационно-термической обработки, с использованием как традиционных методов деформации (знакопеременный изгиб, сжатие/растяжение), так и методов

больших пластических деформаций (кручение под давлением, равноканальное угловое прессование, ротационная ковка), а так же недеформационными методами упрочнения:

- в медных сплавах для повышения прочности с сохранением высокой пластичности необходима немонотонная деформация по схеме знакопеременного изгиба, создающая градиентную структуру (ячеистую дислокационную структуру в поверхностных слоях и вязкую сердцевину) и ослабления текстуры, либо образования двойников деформации. Такой способ рекомендован для использования в технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов;

- для двухкомпонентных сплавов систем Al–Ce, Al–La, Al–Ni с композитной эвтектической структурой и отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего компонента многократное увеличение прочности с сохранением высокой пластичности достигается обработкой методами больших пластических деформаций (кручением под высоким давлением), за счет формирования нано- и субмикронных кристаллитов свободных от дефектов и измельчения эвтектических частиц до наноразмера, что так же обеспечивает повышенную термостойкость сплавов;

- в сплаве Al–4 % Са дополнительно легированного железом и марганцем (около 1 %) максимальный уровень прочности до 800 МПа при сохранении высокой пластичности – относительного удлинения до 10 % и повышенная термостойкость (до 200 °C) достигается обработкой кручением под высоким давлением за счет измельчения эвтектических частиц до наноуровня с последующей трансформацией большинства из них в сегрегации кальция, обогащения кальцием твердого раствора (Al) и формирования бимодальной нанокристаллической структуры;

- для эвтектических алюминиевых сплавов установлено определяющее

влияние типа эвтектических частиц и их кристаллографического соотношения с матрицей на структурообразование и механическое поведение алюминиевых сплавов, что позволяет выбирать системы легирования и создавать наиболее предпочтительные эвтектические структуры в алюминиевых и других сплавах (в т.ч. с другой кристаллической решеткой), способные к упрочнению при сохранении пластичности после больших пластических деформаций;

- в циркониевом сплаве Zr–2,5% Nb (Э125) увеличение прочности в 2,1 раза до 800 МПа с сохранением высокой пластичности (относительное удлинение 14–30 %) в широком интервале температур (до 400 °С) обеспечивается ротационной ковкой за счет формирования зеренно-субзеренной ориентированной бимодальной субмикроструктурной структуры с высокой плотностью дислокаций;

- максимальная прочность циркониевого сплава Э125 до 900 МПа и относительное удлинение до 5 % достигается кручением под высоким давлением и последующим отжигом за счет формирования структуры с небольшим количеством ω -Zr-фазы (10–30 %) при сохранении достаточно малого размера зерна (100–300 нм);

- для коррозионностойких хромистых сталей на тонких (до 1 мм) полосах многократное упрочнение (прочность до 1000–1400 МПа при 20 °С и до 220 МПа при 700 °С) при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение 5–16 % при 20 °С и до 55 % при 700 °С) обеспечивается созданием композитной структуры «азотистый феррит + нитриды хрома» после высокотемпературного азотирования с последующим отпуском в интервале температур 550–750 °С; а в хромоникелевых сталях упрочнение в 2–3 раза и пластичность до 30 % достигается за счет формирования градиентной структуры, развития двойникования и выделения дисперсных нитридов.

4 Созданы новые высокопрочные композиционные материалы «сталь/ванадиевый сплав» с ультратонкой мультислоистой структурой, в которых за счет выбора компонентов и изменения режимов деформационной (методом кручения под высоким давлением) и термической обработки достигается сочетание высокой прочности до 800–1000 МПа, относительного удлинения до 3 % и высокой термической стабильности упрочненного состояния до 700 °С.

5 В сталях с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) эффективное упрочнение и сохранение (или повышение) высокой прочности при температурах до 700–800 °С достигается созданием неравновесного состояния в условиях высоких температур или горячей деформации за счет легирования, способствующего стабилизации переохлажденного аустенита, обеспечения условий для выделения упрочняющих фаз и накопления высокой плотности дислокаций при высокотемпературной деформации. Это обеспечивает повышение рабочей температуры штампового инструмента из сталей с РАПЭ до 750–800 °С с увеличением ресурса стойкости инструмента в 5–10 раз по сравнению с традиционными вольфрам-содержащими штамповыми сталями.

6 Предложенные общий подход к достижению баланса прочности и пластичности, и способы управления этими свойствами через структуру реализованы при создании состояний с повышенной прочностью и пластичностью в сплавах разных классов в новых технологиях получения изделий с высокой прочностью и пластичностью:

- способ одновременной правки полуфабриката из медных сплавов и его упрочнения за счет знакопеременной деформации изгибом;
- технология получения длинномерных прутков из биоинертного сплава Zr–2,5 % Nb методом ротационной ковки;
- схемы и режимы деформационно-термической обработки стали с

РАПЭ для горячего прессования;

- технологии получения высокопрочных композиционных проводников «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La»;

- материала корпуса устройства локализации расплава атомных реакторов ВВЭР нового поколения;

- технологии получения высокопрочных композиционных материалов на основе коррозионностойкой стали и ванадиевого сплава.

Список сокращений

АЭ – акустическая эмиссия

КВД – кручение под высоким давлением

МРСА – микрорентгеноспектральный анализ

ППФ – прямая полюсная фигура

РАПЭ – регулируемое аустенитное превращение при эксплуатации

РК – ротационная ковка

РКУП – равноканальное угловое прессование

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

ТМО – термомеханическая обработка

ТЭМ – трансмиссионная (просвечивающая) электронная микроскопия

Список использованной литературы

1. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть II. Деформация. М.: МИСиС, 1997. 527 с.
2. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. М.: МИСИС, 1998. 400 с.
3. Дальский А.М., Арутюнова И.А., Барсукова Т.М., Бухаркин Л.Н., Дубинин Н.П., Каширцев В.П., Кременский И.Г., Макаров Э.Л., Попов Е.А., Степанов Ю.А., Соколов Е.А. Технология конструкционных материалов. М.: Машиностроение, 1985. 448 с.
4. Фетисов Г.П., Гарифуллин Ф.А. Материаловедение и технология металлов. М.: Оникс, 2007. 624 с.
5. Лахтин Ю.М., Леонтьева В.П. Материаловедение. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 1980. 493 с.
6. Hansen N., Barlow C.Y. Plastic Deformation of Metals and Alloys / Physical Metallurgy (Fifth Edition). Elsevier, 2014. P. 1681-1764.
7. Follansbee P. Principles, Experiments, and Applications of an Internal State Variable Constitutive Formulation. The Minerals, Metals & Materials Series, 2022. 546 p.
8. Khvorova I.A. Materials Science: study aid. / I.A. Khvorova; Tomsk Polytechnic University. – Tomsk: TPU Publishing House, 2012. 137 p.
9. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons Inc., 2014. 456 p.
10. Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A., Beygelzimer Y., Blank V.D. etc. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances // Materials Research Letters. 2022. V. 10. P. 163-256.
11. Никулин С.А. Структурные факторы управления пластичностью сплавов // Физика металлов и металловедение. 1996. Т. 8. № 3. С. 36-49.
12. Шабалов И.П., Соловьев Д.М., Филиппов Г.А., Ливанова О.В.

Исследование механических свойств трубной заготовки на различных этапах ЛСОН-формовки // Деформация и разрушение материалов. 2014. № 3. С. 39-46

13. Рогачев С.О., Перкас М.М., Юсупов В.С., Шелест А.Е., Андреев В.А., Хаткевич В.М., Исаенкова М.Г., Бабич Я.А. Влияние знакопеременного изгиба на структуру и механические свойства технической чистой меди // Металловедение и термическая обработка металлов. 2021. № 11. С. 38-43

14. Эфрон Л.И. Металловедение в большой металлургии. Трубные стали. М.: Металлургия, 2012. 696 с.

15. Kostyryzhev A.G., Strangwood M., Davis C.L. Bauschinger Effect in Microalloyed Steels: Part I. Dependence on Dislocation-Particle Interaction // Metallurgical and Materials Transactions A. 2010. V. 41. P. 1399-1408.

16. Moon J., Jeong H.J., Joo S.H., Sohn S.S., Kim K.S., Lee S., Kim H.S. Simulation of pipe-manufacturing processes using sheet bending-flattening // Experimental Mechanics. 2018. V. 58. P. 909-918.

17. Диомидов Б.Б., Литовченко Н.В. Технология прокатного производства. – М.: Металлургия, 1979. 485 с.

18. Wang J., Cheng S., Wu Y., Wang T., Qin X., Zhou L. Effect of cold rolling on microstructure, texture, and tensile properties of a Ni-Fe-based superalloy // Journal of Alloys and Compounds. 2023. V. 937. P. 168383

19. Ерисов Я.А., Гречников Ф.В., Прибытков Д.А. Исследование влияния режимов холодной прокатки и термообработки на механические свойства и структуру листов из хромоциркониевой бронзы БрХ1Цр // Известия ВУЗов. Цветная металлургия. 2015. № 1. С. 63-67

20. Fedoriková A., Petroušek P., Kvačák T., Kočíško R., Zemko M. Development of Mechanical Properties of Stainless Steel 316LN-IG after Cryo-Plastic Deformation // Materials. 2023. V. 16. P. 6473

21. Волокитина И.Е., Волокитин А. В. Эволюция микроструктуры и механических свойств меди в процессе “прессование–волочение” // Физика металлов и металловедение. 2018. Т. 119. № 9. С. 971-976

22. Glezer A.M. On the relation between the strength and the plasticity of

metallic materials // Russian Metallurgy (Metally). 2016. V. 2016. N 10. P. 906-907.

23. Рогачев С.О. К управлению деформационным упрочнением и пластичностью металлических материалов в широком диапазоне температур // Деформация и разрушение материалов. 2023. № 10. С. 2-9

24. Авдеев А.М., Кузько Е.И., Штремель М.А. Развитие неустойчивости пластического течения как самоорганизация // Физика твердого тела. 1994. Т. 36. № 10. С. 3158-3161.

25. Штремель М.А., Коваленко И.А. О механизме упрочнения стали Гадфильда // Физика металлов и металловедение. 1987. Т. 63. № 1. С. 172.

26. Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Enikeev N.A., Murashkin M.Yu., Semenova I.P. Towards enhancement of properties of UFG metals and alloys by grain boundary engineering using SPD processing // Reviews on Advanced Materials Science. 2010. V. 25. P. 1-10

27. Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T. Fundamentals of superior properties in bulk nanoSPD materials // Materials Research Letters. 2016. V. 4. P. 1-21.

28. Valiev R.Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation // Materials Science and Engineering: A. 1993. V. 168. N 2. P. 141-148

29. Ovid'ko A., Valiev R.Z., Zhu Y.T. Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials // Progress in Materials Science. 2018. V. 94. P. 462-540.

30. Классен-Неклюдова М.В. Механическое двойникование кристаллов. М.: АН СССР, 1960. 261 с.

31. Vinogradov A., Agletdinov E., Yasnikov I.S., Máthis K., Estrin Y. A phenomenological model of twinning-mediated strain hardening // Materials Science and Engineering: A. 2020. V. 780. P. 139194

32. Dong Y., Zhang Z., Yang Z., Zheng R., Chen X. Effect of Annealing Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of High-Pressure

Torsion-Produced 316LN Stainless Steel // Materials. 2022. V. 15. P. 181

33. Muñoz J.A., Khelfa T., Komissarov A., Cabrera J.-M. Ductility and plasticity of ferritic-pearlitic steel after severe plastic deformation // Materials Science and Engineering A. 2021. V. 805. P. 140624

34. Alexandrov I.V. Microstructural Characterization of SPD Processed Materials // Metals and materials International. 2001. V. 7. N. 6. P. 565-571.

35. Balasubramanian, N., Langdon, T.G. The Strength–Grain Size Relationship in Ultrafine-Grained Metals // Metallurgical and Materials Transactions A. 2016. V. 47. P. 5827-5838

36. Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A. et al. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances // Materials Research Letters. 2022. V. 10. P. 163-256

37. Estrin Y., Zehetbauer M.J. Niche applications of bulk nanostructured materials processed by severe plastic deformation // Bulk Nanostructured Materials, eds Michael. J. Zehetbauer and Yuntian Theodore Zhu. Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2009, pp. 635-648.

38. Hohenwarter A., Wurster S. Deformation and fracture characteristics of ultrafine-grained vanadium // Materials Science & Engineering A. 2016. V. 650. P. 492-496

39. Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G. Equal-channel angular pressing of commercial aluminum alloys: grain refinement, thermal stability and tensile properties // Metallurgical and Materials Transactions A. 2000. V. 31. P. 691-701.

40. Chang S.-Y., Lee K.-S., Choi S.-H., Shin D.H. Effect of ECAP on microstructure and mechanical properties of a commercial 6061 Al alloy produced by powder metallurgy // Journal of Alloys and Compounds. 2003. V. 354. P. 216-220.

41. Angella G., Bassani P., Tuissi A., Ripamonti D., Vedani M. Microstructure evolution and aging kinetics of Al–Mg–Si and Al–Mg–Si–Sc alloys processed by ECAP // Materials Science Forum. 2006. V. 503-504. P. 493-498.

42. Петрова А.Н., Радзишевска Х., Качмарек Л., Клих М., Бродова И.Г., Стеглински М. Влияние мегапластической деформации на структуру и твердость Al–Cu–Mg сплава после старения // Физика металлов и металловедение. 2016. Т. 117. № 12. С. 1288-1295
43. Lee H.-J., Han J.-K., Janakiraman S., Ahn B., Kawasakia M., Langdon T.G. Significance of grain refinement on microstructure and mechanical properties of an Al-3% Mg alloy processed by high-pressure torsion // Journal of Alloys and Compounds. 2016. V. 686. P. 998-1007.
44. Ghosh K.S., Gao N., Starink M.J. Characterisation of high pressure torsion processed 7150 Al–Zn–Mg–Cu alloy // Materials Science and Engineering A. 2012. V. 552. P. 164-171.
45. Kong Y., Pu Q., Jia Z., Liu M., Roven H.J., Jia J., Liu Q. Microstructure and property evolution of Al-0.4Fe-0.15Zr-0.25Er alloy processed by high pressure torsion // Journal of Alloys and Compounds. 2020. V. 824. P. 153949
46. Krymskiy S.V., Avtokratova E., Markushev M.V., Murashkin M.Y., Sitdikov O.S. Structure and hardness of cryorolled and heat-treated 2xxx aluminum alloy // Materials Science Forum. 2011. V. 667–669. P. 925-930.
47. Bakhteeva N.D., Todorova E.V., Kolobylna N.N., Vasil'ev A.L., Sirotinkin V.P. Structure of polycrystalline Al-Ni-Fe-La alloys after quenching and plastic deformation by shear under pressure // Russian Metallurgy (Metally). 2013. V. 2013. P. 206-216.
48. Leo P., Cerri E., De Marco P.P., Roven H.J. Properties and deformation behaviour of severe plastic deformed aluminium alloys // J Journal of Materials Processing Technology. 2007. V. 182. P. 207-214.
49. Loucif A., Figueiredo R.B., Baudin T., Brisset F., Langdon T.G. Microstructural evolution in an Al-6061 alloy processed by high-pressure torsion // Materials Science and Engineering A. 2010. V. 527. P. 4864-4869.
50. Orlov D., Beygelzimer Y., Synkov S., Varyukhin V., Tsuji N., Horita Z. Plastic flow, structure and mechanical properties in pure Al deformed by twist extrusion // Materials Science and Engineering A. 2009. V. 519. P. 105-111.

51. Fang T.H., Li W.L., Tao N.R., Lu K. Revealing extraordinary intrinsic tensile plasticity in gradient nano-grained copper // *Science*. 2011. V. 331. P. 1587-1590
52. Кудря А.В., Соколовская Э.А. Неоднородность разномасштабных структур и вязкость конструкционных сталей // *Известия РАН. Серия "Физическая"*. 2004. Т. 68. № 10. С. 1495-1502
53. Кудря А.В., Соколовская Э.А. Прогноз разрушения материалов с неоднородной структурой // *Физика металлов и металловедение*. 2022. Т. 123. № 12. С. 1334-1346
54. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Танг В.Ф., Погорелов Е.В., Вяткина А.К. Масштабы неоднородности структур конструкционных материалов и методы ее оценки // *Электрометаллургия*. 2022. № 5. С. 30-40
55. Колобов Ю.Р., Голосова О.А., Манохин С.С. Закономерности формирования и деградации микроструктуры и свойств новых ультрамелкозернистых низкомодульных сплавов системы Ti–Nb–Mo–Zr // *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2018. № 3. С. 36-48
56. Vlasov I.V., Gomorova J.F., Yakovlev A.V., Naydenkin E.V., Kuznetsova A.E. The influence of helical rolling and controlled cooling on impact toughness of Ti-6Al-3Mo titanium alloy // *Russian Physics Journal*. 2022. V. 65. N. 5. P. 786-793.
57. Betekhtin V.I., Kolobov O.R., Narykova M.V., Kardashev B.K., Golosov E.V., Kadomtsev A.G. Mechanical Properties, Density, and Defect Structure of VT1-0 Titanium after Intense Plastic Deformation Due to Screw and Longitudinal Rollings // *Technical Physics*. 2011. V. 56. P. 1599-1604.
58. Власов И.В., Егорушкин В.Е., Панин В.Е., Панин А.В., Перевалова О.Б. Фрактография, вязкость разрушения и структурная турбулентность при низкотемпературном ударном нагружении неравновесного титанового сплава Ti–6Al–4V // *Известия российской академии наук. Механика твердого тела*. 2020. № 5. С. 38-50.
59. Soleimani M., Kalhor A., Mirzadeh H. Transformation-induced

plasticity (TRIP) in advanced steels: A review // Materials Science and Engineering: A. 2020. V. 795. P. 140023

60. Cooman B.C.D., Estrin Y., Kim S.K. Twinning-induced plasticity (TWIP) steels // Acta Materialia. 2018. V. 142. P. 283-362

61. Agnew S.R., Horton J.A., Lillo T.M., Brown D.W. Enhanced ductility in strongly textured magnesium produced by equal channel angular processing // Scripta Materialia. 2004. V. 50. P. 377-381.

62. Mirzadeha H., Cabrera J.M., Prado J.M., Najafizadeh A. Hot deformation behavior of a medium carbon microalloyed steel // Materials Science and Engineering: A. 2011. V. 528. P. 3876-3882.

63. Medvedeva A., Bergström J., Gunnarsson S., Andersson J. High-temperature properties and microstructural stability of hot-work tool steels // Materials Science and Engineering: A. 2009. V. 523. P. 39-46.

64. Hermant A., Suzon E., Petit P., Bellus J., Georges E., Cortial F., Sennour M., Gourgues-Lorenzon A.-F. Hot Deformation and recrystallization mechanisms in a coarse-grained, niobium stabilized austenitic stainless steel (316Nb) // Metallurgical and Materials Transactions A. 2019. V. 50. P. 1625–1642.

65. Wei H.-L., Liu G.-Q., Zhao H.-T., Zhang M.-H. Effect of carbon content on hot deformation behaviors of vanadium microalloyed steels // Materials Science and Engineering: A. 2014. V. 596. P. 112-120.

66. Belov N.A., Akopyan T.K., Shurkin P.K., Korotkova N.O. Comparative Analysis of Structure Evolution and Thermal Stability of Experimental AA2219 and Model Al-2wt.%Mn-2wt.%Cu Cold Rolled Alloys // Journal of Alloys and Compounds. 2021. V. 864. P. 158823.

67. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. 3-е изд. М.: МИСИС, 2005. 432 с.

68. Снитовский Ю.П. Влияние состава легирующих элементов на физико-механические свойства алюминия // Вестник Югорского государственного университета. 2022. Т. 18. № 4. С. 68-76

69. Wang Y.L., Lapovok R., Wang J.T., Qi Y.S., Estrin Y. Thermal behavior

of copper processed by ECAP with and without back pressure // Materials Science and Engineering A. 2015. V. 628. P. 21-29

70. X. Molodova, Gottstein G., Winning M., Hellmig R.J. Thermal stability of ECAP processed pure copper // Materials Science and Engineering A. 2007. V. 460–461. P. 204-213

71. Чувильдеев В.Н. Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения. М.: Физматлит, 2004. 304 с.

72. Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J.J. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions // Progress in Materials Science. 2014. V. 60. P. 130-207.

73. Sakai T., Jonas J.J. Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations // Acta Metallurgica. 1984. V. 32. P. 189-209.

74. Altan T. Cold and hot forging fundamentals and application, ASM International, Ohio, 2005.

75. Bayer R.G. Mechanical wear fundamentals and testing, Marcel Dekker Inc., New York, 2004.

76. Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena, 2nd ed. Oxford, Elsevier, 2004.

77. Belyakov A., Miura H., Sakai T. Dynamic recrystallization in ultra fine-grained 304 stainless steel // Scripta Materialia. 2000. V. 43. P. 21-26.

78. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Juul Jensen D., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D. Current issues in recrystallization: a review // Materials Science Engineering A. 1997. V. 238. P. 219-274.

79. Ermakov V.N., Chugunov V.V., Orzhekhovski Yu.F. Low temperature thermomechanical treatment of structural steels // Metal Science and Heat Treatment. 1963. N. 5. P. 205-209.

80. Rollett A., Humphreys F.J., Rohrer G.S., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena, Elsevier, 2004, 658 p.

81. Graetz K., Miessen C., Gottstein G. Analysis of steady-state dynamic recrystallization // *Acta Materialia*. 2014. V. 67. P. 58-66.
82. Tsuji N., Matsubara Y., Saito Y. Dynamic recrystallization of ferrite in interstitial free steel // *Scripta Materialia*. 1997. V. 37. P. 477-484.
83. Giordani E.J., Jorge Jr. A.M., Balancin O. Proportion of recovery and recrystallization during interpass times at high temperatures on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial // *Scripta Materialia*. 2006. V. 55. P. 743-746.
84. Medina S.F., Hernandez C.A. General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels // *Acta Materialia*. 1996. V. 44. P. 137-148.
85. Souza R.C., Silva E.S., Jorge Jr. A.M., Cabrera J.M., Balancin O. Dynamic recovery and dynamic recrystallization competition on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial: Influence of strain rate and temperature // *Materials Science and Engineering: A*. 2013. V. 582. P. 96-107.
86. Llanos L., Pereda B., Lopez B., Rodriguez-Ibabe J.M. Hot deformation and static softening behavior of vanadium microalloyed high manganese austenitic steels, *Materials Science and Engineering A*. 2016. V. 651. P. 358-369.
87. Бернштейн М.Л. Термомеханическая обработка металлов и сплавов. Том 1. М., "Металлургия", 1968. 596 с.
88. Никулин С.А., Кругляков А.А. Структура и особенности деформационного упрочнения штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением // *Деформация и разрушение материалов*. 2004. № 11. С. 23-25.
89. Loktionov V., Lyubashevskaya I., Sosnin O., Terentyev E. Short-term strength properties and features of high-temperature deformation of VVER reactor pressure vessel steel 15Kh2NMFA-A within the temperature range 20–1200 °C // *Nuclear Engineering and Design*. 2019. V. 352. P. 110188.
90. Nikulin S.A., Rogachev S.O., Nikolaev Yu.A., Vasiliev S.G., Belov V.A., Turilina V.Yu. High-temperature mechanical properties of low-carbon steel

used for the manufacture of core catcher vessel // Progress in Nuclear Energy. 2021. V.142. P. 104015

91. Никулин С.А., Рогачев С.О., Васильев С.Г., Белов В.А., Николаев Ю.А. Влияние высоких температур на механические свойства стали 09Г2С // Деформация и разрушение материалов. 2020. № 7. С. 35-35

92. Никулин С.А., Рогачев С.О., Васильев С.Г., Белов В.А., Турилина В.Ю., Николаев Ю.А. Влияние высоких температур на механические свойства стали 22К // Деформация и разрушение материалов. 2020. № 5. С. 22-26

93. Krugljakow A.A., Rogachev S.O., Lebedeva N.V., Sokolov P.Yu., A.M. Arsenkin, Khatkevich V.M. On the nature of hot work hardening phenomenon in die steel with regulated austenitic transformation during exploitation // Materials Science and Engineering: A. 2022. V. 833. P. 142548

94. Cao Y., Di H., Zhang J., Zhang J., Ma T., Misra R.D.K. An electron backscattered diffraction study on the dynamic recrystallization behavior of a nickel–chromium alloy (800H) during hot deformation // Materials Science and Engineering: A. 2013. V. 585. P. 71-85.

95. Liu Y., Hu R., Li J., Kou H., Li H., Chang H., Fu. H. Hot working characteristic of as-cast and homogenized Ni–Cr–W superalloy // Materials Science and Engineering: A. 2009. V. 508. P. 141-147

96. Rai R.K., Sahu J.K. Mechanism of serrated flow in a cast nickel base superalloy // Materials Letters. 2018. V. 210. P. 298-300.

97. Wen D.-X., Lin Y.C., Li X.-H., Singh S.K. Hot deformation characteristics and dislocation substructure evolution of a nickel-base alloy considering effects of δ phase // Journal of Alloys and Compounds. 2018. V. 764. P. 1008-1020.

98. Abbasi S.M., Shokuhfar A. Prediction of hot deformation behaviour of 10Cr–10Ni–5Mo–2Cu steel // Materials Letters. 2007. V. 61. P. 2523-2526.

99. Kumar S.S.S., Raghu T., Bhattacharjee P.P., Rao G.A., Borah U. Work hardening characteristics and microstructural evolution during hot deformation of a

nickel superalloy at moderate strain rates // Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 709. P. 394-409.

100. Nicolaÿ A., Fiorucci G., Franchet J.M., Cormier J., Bozzolo N. Influence of strain rate on subsolvus dynamic and post-dynamic recrystallization kinetics of Inconel 718 // Acta Materialia. 2019. V. 174. P. 406-417.

101. Логинов Ю.Н., Инатович Ю.В. Инструмент для прессования металлов. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. 224 с.

102. В.Ф. Моисеев, С.Н. Григорьев Инструментальные материалы. Изд. 2-е. М.: Издательский центр МГТУ "Станкин", 2005. 248 с.

103. Позняк Л.А. Инструментальные стали. Киев: Наукова думка, 1996. 488 с.

104. Геллер Ю.А. Инструментальные стали. 5-е издание. М.: Металлургия, 1983. 527 с.

105. Roberts G., Krauss G., Kennedy R. Tool Steels, 5th ed., ASM International, USA, 1998, 364 p.

106. Alimi A., Fajoui J., Kchaou M., S. Branchu, R. Elleuch, F. Jacquemin. Multi-scale hot working tool damage (X40CrMoV5-1) analysis in relation to the forging process // Engineering Failure Analysis. 2016. V. 62. P. 142-155.

107. Farnoush H., Momeni A., Dehghani K., Mohandesi J.A., Keshmiri H. Hot deformation characteristics of 2205 duplex stainless steel based on the behavior of constituent phases // Materials & Design. 2010. V. 31. P. 220-226.

108. Pinol-Jue A., Iza-Mendia A., Gutierrez I. δ/γ interface boundary sliding as a mechanism for strain accommodation during hot deformation in a duplex stainless steel // Metallurgical and Materials Transactions A. 2000. V. 31. P. 1671-1677.

109. Ratna Sunila B. Repetitive Corrugation and Straightening of Sheet Metals // Materials and Manufacturing Processes. 2015. V. 30. P. 1262-1271.

110. Крылов Н.И., Китайский В.Е., Дресвин А.С., Смирнов А.В. Исследование упрочнения полосового проката // Создание, исследование и внедрение машин для получения проката высокого качества: сб. науч. тр. М.:

ВНИИМЕТМАШ, 1982. С. 48-52.

111. Samusev S.V., Zhigulev G.P., Fadeev V.A., Manakhov K.S. Shaping of pipe blanks on specialized bending equipment // Steel in Translation. 2016. V. 46. N. 3. P. 169-172.

112. Алёшин Ю.А., Самусев С.В., Жигулев Г.П. Изгиб листовых заготовок для прямошовных стальных труб // Черные металлы. 2016. № 5. С. 40-46

113. Максимов Е.А., Шаталов Р.Л., Устиновский Е.П. Разработка методики расчета зазора при правке листового проката на роликовой правильной машине // Металлург. 2021. № 1. С. 56-61

114. Брюханов А.А., Зильберг Ю.В., Шапер М., Иовчев С.И., Родман М., Родман Д. Влияние деформации знакопеременным изгибом на текстуру и анизотропию упругих свойств листов низкоуглеродистой стали // Материаловедение. 2010. № 10. С. 33-38

115. Матросов Н.И., Чишко В.В., Медведская Э.А., Сенникова Л.Ф., Павловская Е.А. Зависимость механических свойств металлических материалов от схемы деформирования // Физика и техника высоких давлений. 2005. Т. 15. № 4. С. 54-58

116. Матюнин В.М., Марченков А.Ю., Шелест А.Е., Юсупов В.С., Перкас М.М. Изменение механических свойств технической чистой меди под воздействием знакопеременной упругопластической деформации // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 5. С. 39-45

117. Шаталов Р.Л., Лукаш А.С., Зисельман В.Л. Определение механических свойств медных и латунных полос по показателям твердости при холодной прокатке // Цветные металлы. 2014. № 5. С. 61-65

118. Шелест А.Е., Юсупов В.С., Перкас М.М., Шефтель Е.Н., Акопян К.Э., Просвирнин В.В. Особенности формирования механических свойств медных полос при знакопеременном упругопластическом изгибе // Металлы. 2018. № 3. С. 88-95

119. Шелест А.Е., Юсупов В.С., Перкас М.М., Шефтель Е.Н., Акопян

К.Э., Просвирнин В.В. Уточнение методики построения кривых течения металла для прогнозирования его упрочнения при знакопеременной холодной пластической деформации // Металлы. 2017. № 5. С. 89-95

120. Шкатуляк Н.М., Праведная Н.П. Влияние знакопеременного изгиба на текстуру, структуру и механические свойства листов алюминия // Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov. 2012. № 9(687). С. 41-45

121. Thangapandian N., Jenix Rino J., Shanmugavel B.P. Strain inhomogeneity and grain refinement in AA6063 aluminum alloy subjected to repetitive corrugation and straightening: comparison of experimental and finite element analysis // International Journal of Material Forming. 2022. V. 15. P. 11.

122. Bryukhanov A.A., Stoyanov P.P., Zilberg Y.V., Shaper M., Rodman M., Hepke M., Rodman D. Anisotropy of mechanical properties of magnesium alloy AZ31 sheets as a result of sign-variable bending deformation // Metallurgical and Mining Industry. 2010. V. 2. P. 215-219.

123. Panin V.E., Egorushkin V.E., Surikova N.S., Pochivalov Yu I. Shear bands as translation-rotation modes of plastic deformation in solids under alternate bending // Materials Science and Engineering: A. 2017. V. 703. P. 451-460.

124. Бах Ф.В., Зильберг Ю.В., Родман М., Россберг А. Влияние знакопеременного малоциклового изгиба на вид диаграмм растяжения магниевого сплава AZ31 // Производство проката. 2006. № 10. С. 2-5

125. Зильберг Ю.В., Бах Ф.В., Борман Д., Родман М., Шапер М., Хепке М. Влияние знакопеременного изгиба на структуру и свойства полос магниевого сплава AZ31 // Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov. 2009. № 4 (646). С. 20-25

126. Рогачев С.О., Шелест А.Е., Андреев В.А., Юсупов В.С., Табачкова Н.Ю., Тен Д.В., Исаенкова М.Г., Крымская О.А. Влияние предварительной термической обработки на формирование структуры и механические свойства латуни при знакопеременном изгибе // Деформация и разрушение материалов. 2023. № 6. С. 23-30

127. Rogachev S.O., Shelest A.E., Perkas M.M., Andreev V.A., Tabachkova

N.Yu., Yusupov V.S., Ten D.V., Isaenkova M.G., Krymskaya O.A. Effect of Alternating Bending on Structure, Texture, and Mechanical Properties of Cu–Zn Alloy // Journal of Materials Engineering and Performance. 2023

128. Petrova L.G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys // Metal Science and Heat Treatment. 2001. V. 43. P. 11-17.

129. Никулин С.А., Рогачев С.О., Хаткевич В.М., Рожнов А.Б. Упрочнение ферритной коррозионностойкой стали методом «внутреннего» азотирования // Металловедение и термическая обработка металлов. 2013. № 7. С. 9-12

130. Nikulin S.A., Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Rozhnov A.B., Nechaykina T.A. Effect of heat treatment on the structure and mechanical properties of 0.08%C-17.0%Cr-0.8%Ti steel after "internal" nitriding // Journal of Alloys and Compounds. 2013. V. 564. P. 114-116

131. С.О. Рогачев, С.А. Никулин, В.М. Хаткевич. Эволюция структуры и механические свойства объемно-азотированной коррозионно-стойкой ферритной стали при отпуске в интервале температур 400-700 °С // Физика металлов и металловедение. 2017. № 8. С. 824-828

132. Хаткевич В.М., Никулин С.А., Рожнов А.Б., Рогачев С.О. Механические свойства и характер разрушения ферритных коррозионно-стойких сталей после высокотемпературного азотирования // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 4. С. 26-31

133. Никулин С.А., Рожнов А.Б., Рогачев С.О., Хаткевич В.М., Белов В.А., Нечайкина Т.А. Способ внутреннего азотирования ферритной коррозионно-стойкой стали. Патент на изобретение RU 2522922, заяв. 10.10.2012, опубл. 20.07.2014. Бюл. № 20

134. Khatkevich V.M., Rogachev S.O., Nikulin S.A., Tokmakova E.N. Structure and Mechanical Properties of a Layered Composite Based on Fe-Cr-V Alloy and High-Nitrogen High-Chromium Steel after Hot Pressing and Annealing // Metals and Materials International. 2022. V. 28. P. 534-544

135. Марочник сталей и сплавов / Сорокин В.Г., Волосникова А.В.,

Вяткин С.А. и др; под общ. ред. Сорокина В.Г. М.: Машиностроение, 1989. 640 с.

136. Хаткевич В.М., Никулин С.А., Рогачев С.О., Токмакова Е.Н. Влияние твердофазного азотирования на формирование структуры и упрочнение сплава типа Fe-Cr-V // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 6. С. 17-21

137. Nikulin S.A., Khatkevich V.M., Rogachev S.O., Denisenko K.S. Structure, Mechanical Properties, and Fracture Behavior of a Fe-Cr-V Alloy Doped with Nitrogen by High-Temperature Gas-Phase Nitriding // Metallurgical and Materials Transactions A. 2015. V. 46. N. 12. P. 5864-5870

138. Никулин С.А., Хаткевич В.М., Рогачев С.О., Денисенко К.С., Нечайкина Т.А. Структура и механические свойства сплава системы Fe-Cr-V, легированного азотом из газовой фазы методом высокотемпературного азотирования // Физика и химия обработки материалов. 2016. № 2. С. 52-57

139. Рогачев С.О., Хаткевич В.М. Структура, фазовый состав и механические свойства сплава Fe-20Cr-1,5V-1,5Zr после высокотемпературного азотирования (памяти проф. А.Я. Стомахина) // Деформация и разрушение материалов. 2021. № 5. С. 34-40

140. Рогачев С.О., Стомахин А.Я., Никулин С.А., Кадач М.В., Хаткевич В.М. Структура и механические свойства аустенитных Cr-Ni-Ti сталей после высокотемпературного азотирования // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2019. Т. 62. № 5. С. 366-373

141. Glezer A.M., Metlov L.S. Physics of megaplastic (severe) deformation in solids // Physics of the Solid State. 2010. V. 52. N 6. P. 1162-1169

142. Glezer A.M., Sundeev R.V. General view of severe plastic deformation in solid state // Materials Letters. 2015. V. 139. P. 455-457.

143. Fratzl P, Paris O. Microstructure and strength of Cu-Fe in situ composites obtained from prealloyed Cu-Fe powders // Acta Metallurgica et Materialia. 1994. V. 42. P. 163-176.

144. Ge J.P., Zhao H., Yao Z.Q. Strength of deformation-processed Cu-Fe

in-situ composites // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2005. V. 15. P. 553-559

145. Masuda C., Tanaka Y. Fatigue properties of Cu–Cr in situ composite // International Journal of Fatigue. 2006. V. 28. P. 1426-1434

146. Pantsyrny V.I., A.K. Shikov, A.E. Vorobieva, N.E. Khlebova et al. Cu–Nb and Cu/Stainless winding materials for high pulsed magnets // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. V. 10. N. 1. 2000. P. 1263-1268.

147. Shikov A., Pantsyrnyi V., Vorobieva A., Khlebova N., Silaev A. High strength, high conductivity Cu–Nb based conductors with nanoscaled microstructure // Physica C. 2001. V. 354. P. 410-414.

148. Pantsyrnyi V., Shikov A., Vorobieva A., Khlebova N., Potapenko I., Silaev A., Beliakov N., Vedernikov G., Kozlenkova N., Drobishev V. High strength, high conductivity macro- and microcomposite winding wires for pulsed magnets // Physica B. 2001. V. 294-295. P. 669-673

149. Pantsyrny V., Shikov A., Khlebova N., Drobishev V., Kozlenkova N., Polikarpova M., Belyakov N., Kukina O., Dmitriev V. The Nanostructured High Strength High Conductivity Cu Matrix Composites With Different BCC Metals Strengthening Filaments // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2010. V. 20. N. 3. P. 1614-1618

150. Raabe D, Heringhaus F, Hangen U, Gottstein G. Investigation of a Cu-20mass%Nb in situ Composite. Part I: Fabrication, Microstructure and Mechanical Properties // Zeitschrift für Metallkunde. 1995. V. 86. P. 405-422.

151. Raabe D., Choi P.-P., Li Yu., Kostka A., Sauvage X., Lecouturier F., Hono K., Kirchheim R., Pippan R., Embury D. Metallic composites processed via extreme deformation: Toward the limits of strength in bulk materials // MRS Bulletin. 2010. V. 35. P. 982-991.

152. Raabe D., Hangen U. Simulation of the yield strength of wire drawn Cu-based in-situ composites // Computational Materials Science. 1996. V. 5. P. 195-202.

153. Raabe D., Choi P.-P., Li Y., Kostka A., Sauvage X., Lecouturier F.,

Hono K., Kirchheim R., Pippin R., Embury D. Metallic composites processed via extreme deformation: Toward the limits of strength in bulk materials // MRS Bulletin. 2010. V. 35. P. 982-991

154. Sauvage X., Genevois C., Da Costa G., Patsyrny V. Atomic scale characterization of deformation-induced interfacial mixing in a Cu/V nanocomposite wire // Scripta Materialia. 2009. V. 61. P. 660-663

155. Sauvage X., Renaud L., Deconihout B., Blavette D., Ping D.H., Hono K. Solid state amorphization in cold drawn Cu/Nb wires // Acta materialia. 2001. V. 49. P. 389-394

156. Snoeck E., Lecouturier F., Thilly L., Casanove M.J., Rakoto H., Coffe G., Askénazy S., Peyrade J.P., Roucau C., Patsyrny V., Shikov A., Nikulin A. Microstructural Studies of in Situ Produced Filamentary Cu/Nb Wires // Scripta Materialia. 1998. V. 38. P. 1643-1648.

157. Nikulin S.A., Rogachev S.O., Rozhnov A.B., Patsyrnyi V.I., Khlebova N.E., Nechaykina T.A., Khatkevich V.M., Zadorozhnyy M.Yu. Microstructure and fatigue strength of high-strength Cu-Fe and Cu-V in-situ nanocomposite wires // Composites: Part B. 2015. V. 70. P. 92-98

158. Beygelzimer Y., V. Varyukhin, S. Synkov, D. Orlov. Useful properties of twist extrusion // Materials Science and Engineering A. 2009. V. 503. P. 14–17

159. Edalati K., Horita Z. A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. Materials Science and Engineering A. 2016. V. 652. P. 325-352.

160. Сегал В. М. Процессы пластического структурообразования металлов / В. М. Сегал, В. И. Резников, В. И. Копылов и др. Минск: Наука и техника, 1994. 232 с.

161. Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И. Пластическая обработка металлов простым сдвигом // Известия АН СССР. Металлы. 1981. № 1. С. 115-123

162. Столяров В.В. Деформационные методы измельчения структуры // Вестник научно-технического развития. 2013. № 4. С. 29-36

163. Утяшев Ф.З. Наноструктурирование металлических материалов

методами интенсивной пластической деформации // Физика и техника высоких давлений 2010. Т. 20. № 1. С. 7-25

164. Kumar P., Kawasaki M., Langdon T.G. Review: overcoming the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained materials at low temperatures // Journal of Materials Science. 2016. V. 51. P. 7-18.

165. Zaichenko S.G., Glezer A.M. Effect of the Structural Factor on the Inverse Hall–Petch Dependence in Nanocrystals // Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics. 2014. V. 78. N. 11. P. 1179-1182

166. Trelewicz J.R., Schuh C.A. The Hall–Petch breakdown in nanocrystalline metals: A crossover to glass-like deformation // Acta Materialia. 2007. V. 55. P. 5948-5958.

167. Rogachev S., Zemlyakova N. Structural accommodation by twinning of copper during severe plastic deformation // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020. V. 709. P. 033001

168. Землякова Н.В., Рогачев С.О. Аккомодация структуры и механических свойств чистой меди в процессе интенсивной пластической деформации // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2019. Т. 16. №1. С. 131-136

169. Estrin J., Murashkin M., Valiev R. Ultrafine-grained aluminium alloys: processes, structural features and properties, in Fundamentals of aluminium metallurgy, eds R.N. Lumley, Woodhead Publishing, UK, 2011, pp. 468-503

170. Khafizova E., Islamgaliev R. Effect of severe plastic deformation on the structure and mechanical properties of Al-Cu-Mg alloy // IOP Conference Series Materials Science and Engineering. 2014. V. 63. P. 012081.

171. Lanjewar H., Kestens L.A.I., Verleysen P. Damage and strengthening mechanisms in severely deformed commercially pure aluminum: Experiments and modeling // Materials Science and Engineering A. 2021. V. 800. P. 140224.

172. Исламгалиев Р.К., Нестеров К.М., Хафизова Э.Д., Ганеев А.В., Голубовский Е.Р., Волков М.Е. Прочность и усталость ультрамелкозернистого алюминиевого сплава АК4-1 // Вестник УГАТУ.

2012. Т. 16. № 8(53). С. 104-109.

173. Yang Y., Nie J., Mao Q., Zhao Y. Improving the combination of electrical conductivity and tensile strength of Al 1070 by rotary swaging deformation // Results in Physics. 2019. V. 13. P. 102236.

174. Raab G.J., Valiev R.Z., Lowe T.C., Zhu Y.T. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform // Materials Science and Engineering A. 2004. V. 382. P. 30-34.

175. Sauvage X., Murashkin M.Yu., Straumal B.B., Bobruk E.V., Valiev R.Z. Ultrafine grained structures resulting from SPD-induced phase transformation in Al–Zn alloys // Advanced Engineering Materials. 2015. V. 17. P. 1821-1827.

176. Автократова Е.В., Крымский С.В., Маркушев М.В., Ситдинов О.Ш. Особенности структуры алюминиевого сплава Д16, интенсивно деформированного при температуре жидкого азота // Письма о материалах. 2011. Т. 1. С. 92-95.

177. Бродова И.Г., Ширинкина И.Г., Петрова А.Н., Пилюгин В.П., Толмачев Т.П. Структура алюминиевого сплава АМЦ после кручения под высоким давлением в жидком азоте // Физика металлов и металловедение. 2013. Т. 114. № 8. С. 725-730.

178. Мавлютов А.М., Касаткин И.А., Мурашкин М.Ю., Валиев Р.З., Орлова Т.С. Влияние микроструктуры на физико-механические свойства алюминиевого сплава системы Al–Mg–Si, наноструктурированного интенсивной пластической деформацией // Физика твердого тела. 2015. Т. 57. № 10. С. 1998-2004.

179. Altenpohl D.G. Aluminum: Technology, Applications, and Environment—A Profile of a Modern Metal, 6th ed.; The Aluminum Association, Inc.: Washington, DC, USA, 1998. 473 p.

180. Akopyan T.K., Belov N.A., Naumova E.A., Letyagin N. New in-situ Al matrix composites based on Al–Ni–La eutectic // Materials Letters. 2019. V. 245. P. 110-113.

181. Belov N.A., Khvan A.V. The ternary Al–Ce–Cu phase diagram in the

aluminum-rich corner // *Acta Materialia*. 2007. V. 55. P. 5473-5482.

182. Belov N.A., Naumova E.A., Eskin D.G. Casting alloys of the Al-Ce-Ni system: Microstructural approach to alloy design // *Materials Science and Engineering A*. 1999. V. 271. P. 134-142.

183. Cao Z., Kong G., Che C., Wang Y., Peng H. Experimental investigation of eutectic point in Al-rich Al-La, Al-Ce, Al-Pr and Al-Nd systems // *Journal of Rare Earths*. 2017. V. 35. P. 1022-1028.

184. Czerwinski F., Amirkhiz B.S. On the Al–Al₁₁Ce₃ Eutectic Transformation in Aluminum–Cerium Binary Alloys // *Materials*. 2020. V. 13. P. 4549.

185. Akopyan T.K., Belov N.A., Naumova E.A., Letyagin N.V., Sviridova T.A. Al-matrix composite based on Al-Ca-Ni-La system additionally reinforced by L12 type nanoparticles // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2020. V. 30. P. 850-862.

186. Belov N.A., Naumova E.A., Akopyan T.K., Doroshenko V.V. Phase Diagram of Al-Ca-Mg-Si System and Its Application for the Design of Aluminum Alloys with High Magnesium Content // *Metals*. 2017. V. 7. P. 429.

187. Belov N.A., Naumova E.A., Alabin A.N., Matveeva I.A. Effect of scandium on structure and hardening of Al–Ca eutectic alloys // *J Journal of Alloys and Compounds*. 2015. V. 646. P. 741-747.

188. Рогачев С.О., Наумова Е.А., Сундеев Р.В., Табачкова Н.Ю. Влияние деформации в камере бриджмена на структуру, фазовый состав и упрочнение эвтектического алюминиевого сплава Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc // *Перспективные материалы и технологии : материалы международного симпозиума, Брест, 27-31 мая 2019 г. / под ред. чл.-корр. Рубаника В.В. – Витебск: УО "ВГТУ", 2019. С. 153-154*

189. Rogachev S.O., Naumova E.A., Lukina E.A., Zavodov A.V., Khatkevich V.M. High strength Al-La, Al-Ce, and Al-Ni eutectic aluminum alloys obtained by high-pressure torsion // *Materials*. 2021. V. 14. P. 6404

190. Figueiredo R.B., Aguilar M.T.P., Cetlin P.R., Langdon T.G.

Deformation Heterogeneity on the Cross-Sectional Planes of a Magnesium Alloy Processed by High-Pressure Torsion // Metallurgical and Materials Transactions A. 2011. V. 42. P. 3013-3021

191. Figueiredo R.B., Langdon T.G.. Development of structural heterogeneities in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion // Materials Science and Engineering A. 2011. V. 528. P. 4500-4506

192. Kawasaki M., Figueiredo R.B., Huang Y., Langdon T.G. Interpretation of hardness evolution in metals processed by high-pressure torsion // Journal of Materials Science. 2014. V. 49. N. 19. P. 6586-6596.

193. Kawasaki M., Figueiredo R.B., Langdon T.G. Twenty-five years of severe plastic deformation: recent developments in evaluating the degree of homogeneity through the thickness of disks processed by high-pressure torsion // Journal of Materials Science. 2012. V. 47. P. 7719-7725

194. Rogachev S.O., Naumova E.A., Vasileva E.S., Sundeev R.V. Al-Ca, Al-Ce and Al-La eutectic aluminum alloys processed by high-pressure torsion // Advanced Engineering Materials. 2022. V. 24. P. 2100772

195. Rometsch P.A., Zhang Y., Knight S. Heat treatment of 7xxx series aluminum alloys—Some recent developments // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2014. V. 24. P. 2003-2017.

196. Straumal B., Korneva A., Zieba P. Phase transitions in metallic alloys driven by the high pressure torsion // Archives of Civil and Mechanical Engineering. 2014. V. 14. P. 242-249.

197. Kilmametov A.R., Ivanisenko Y., Mazilkin A.A., Straumal B.B., Gornakova A.S., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Rafaja D., Hahn H. The phase transformations in Ti–Fe alloys under high-pressure torsion // Acta Materialia. 2018. V. 144. P. 337-351.

198. Straumal B., O. Kogtenkova, M. Bulatov, A. Nekrasov, A. Baranchikov, B. Baretzky, A. Straumal, Wetting of grain boundary triple junctions by intermetallic delta-phase in the Cu–In alloys // Journal of Materials Science. 2021. V. 56. P. 7840-7848.

199. Straumal B.B., Kilmametov A.R., Ivanisenko Y., Mazilkin A.A., Kogtenkova O.A., Kurmanaeva L., Korneva A., Zieba P., Baretzky B. Phase transitions induced by severe plastic deformation: steady-state and equifinality // International Journal of Materials Research. 2015. V. 106. P. 657-664
200. Straumal B.B., Kilmametov A.R., Ivanisenko Y., Kurmanaeva L., Baretzky B., Kucheev Y.O., Zięba P., Korneva A., Molodov D.A. Phase transitions during high pressure torsion of CuCo alloys // Materials Letters. 2014. V. 118. P. 111-114.
201. Straumal B.B., Kilmametov A.R., Korneva A., Mazilkin A.A., Straumal P.B., Zieba P., Baretzky B. Phase transitions in Cu-based alloys under high pressure torsion // Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 707. P. 20-26.
202. Murashkin M.Y., Sabirov I., Medvedev A.E., Enikeev N.A., LefebvreW., Valiev R.Z., Sauvage X. Mechanical and electrical properties of an ultrafine grained Al-8.5 wt.% RE (RE= 5.4 wt.% Ce, 3.1 wt.% La) alloy processed by severe plastic deformation // Materials & Design. 2016. V. 90. P. 433-442.
203. Medvedev A.E., Murashkin M.Y., Enikeev N.A., Bikmukhametov I., Valiev R.Z., Hodgson P.D., Lapovok R. Effect of the eutectic Al-(Ce,La) phase morphology on microstructure, mechanical properties, electrical conductivity and heat resistance of Al-4.5(Ce,La) alloy after SPD and subsequent annealing // Journal of Alloys and Compounds. 2019. V. 796. P. 321-330.
204. Rogachev S.O., Zavadov A.V., Naumova E.A., Chernenok T.V., Lukina E.A., Zadorozhnyy M.Yu. Improvement of strength–ductility balance of Al–Ca–Mn–Fe alloy by severe plastic deformation // Materials Letters. 2023. V. 349. P. 134797
205. Rogachev S.O., Naumova E.A., Vasileva E.S., Magurina M.Yu., Sundeev R.V., Veligzhanin A.A. Structure and mechanical properties of Al-Ca alloys processed by severe plastic deformation // Materials Science and Engineering A. 2019. V. 767. P. 138410
206. Sauvage X., Cuvilly F., Russell A., Edalati K. Understanding the role of Ca segregation on thermal stability, electrical resistivity and mechanical strength

of nanostructured aluminum // Materials Science and Engineering A. 2020. V. 798. P. 140108.

207. Rogachev S.O., Naumova E.A., Sundeev R.V., Tabachkova N.Yu. Structural and phase transformations in a new eutectic Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc alloy induced by high pressure torsion // Materials Letters. 2019. V. 243. P. 161-164

208. Рогачев С.О., Наумова Е.А., Карелин Р.Д., Андреев В.А., Перкас М.М., Юсупов В.С., Хаткевич В.М. Структура и механические свойства эвтектического алюминиевого сплава Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc после теплового равноканального углового прессования // Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. № 2. С. 56-65

209. Rogachev S.O., Naumova E.A., Doroshenko A.V., Karelin R.D., Komarov V.S., Yusupov V.S., Tabachkova N.Yu., Andreev V.A., Khatkevich V.M. Effect of equal-channel angular pressing on structural evolution, phase transformations and mechanical properties of Al-4Ca-0.8Mn-1.3Fe-0.1Zr-0.1Sc hypoeutectic alloy // Journal of Alloys and Compounds. 2022. V. 914. P. 165379

210. Rogachev S.O., Naumova E.A., Karelin R.D., Andreev V.A., Perkas M.M., Yusupov V.S., Khatkevich V.M. Effect of Warm Equal-Channel Angular Pressing on Mechanical Properties of Al-Mg-Ca-Mn-Fe-Zr Alloy // Physics of Metals and Metallography. 2021. V. 122. P. 67-73

211. Shaeri M.H., Shaeri M., Ebrahimi M., Salehi M.T., Seyyedein S.H. Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy // Progress in Natural Science: Materials International. 2016. V. 26. P. 182-191.

212. Zhang X., Wu P., Liang F., Liu F. Achieve high plasticity and strength in 6016 alloy by high-pressure torsion combined with post-aging treatments // Journal of Materials Research and Technology. 2023. V. 22. P. 2967-2982.

213. Naumova E.A., Rogachev S.O., Sundeev R.V. Effect of severe plastic deformations on structure features and mechanical behavior of Al₄Ca intermetallic in Al-18% Ca alloy // Journal of Alloys and Compounds. 2021. V. 854. P. 157117

214. Добромыслов А. В., Талуц Н. И. Структура циркония и его

сплавов. Екатеринбург: УрО РАН, 1997.

215. Dobromyslov A.V., Taluts N.I., Demchuk K.M., Martemyanov A.N. Investigation of the $\alpha \rightarrow \omega$ transformation in the Zr-2.5 at% Nb after high pressure treatment // *Physics of Metals and Metallography*. 1985. V. 9. P. 111-119.

216. Edalati K., Horita Z., Yagi S., Matsubara E. Allotropic phase transformation of pure zirconium by high-pressure torsion // *Materials Science and Engineering A*. 2009. V. 523. P. 277-281

217. Haraguchi R., Yoshimatsu Y., Nagaoka T., Arita M., Edalati K., Horita Z. Electrical resistivity mapping of titanium and zirconium discs processed by high-pressure torsion for homogeneity and phase transformation evaluation // *Journal of Materials Science*. 2017. V. 52. P. 6778-6788

218. Korneva A., Straumal B., Kilmametov A., Gondek L., Wierzbicka-Miernik A., Litynska-Dobrzynska L., Cios G., Chulist R., Zieba P. Thermal stability and microhardness of metastable ω -phase in the Ti-3.3 at% Co alloy subjected to high pressure torsion // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. V. 834. P. 155132

219. Kriegel M.J., Kilmametov A., Klemm V., Schimpf C., Straumal B.B., Gornakova A.S., Ivanisenko Y., Fabrichnaya O., Hahn H., Rafaja D. Thermal stability of athermal ω -Ti(Fe) produced upon quenching of β -Ti(Fe) // *Advanced Engineering Materials*. 2019. V. 21. P. 1800158

220. Low T.S.E., Niezgoda S.R. Modeling the α/ω thermal stability in shocked Zr: a coupling between dislocation removal and phase transformation // *Acta Materialia*. 2018. V. 156. P. 104-115

221. Pérez-Prado M.T., Gimazov A.A., Ruano O.A., Kassner M.E., Zhilyaev A.P. Bulk nanocrystalline ω -Zr by high-pressure torsion // *Scripta Materialia*. 2008. V. 58. P. 219-222

222. Pérez-Prado M.T., Zhilyaev A.P. First experimental observation of shear induced hcp to bcc transformation in pure Zr // *Physical Review Letters*. 2009. V. 102. P. 175504

223. Sikka S.K., Vohra Y.K., Chidambaram R. Omega phase in materials //

Progress in Materials Science. 1982. V. 27. P. 245-310

224. Srinivasarao B., Zhilyaev, A.P. Pe´rez-Prado M.T. Orientation dependency of the alpha to omega plus beta transformation in commercially pure zirconium by high-pressure torsion // Scripta Materialia. 2011. V. 65. P. 241-244

225. Straumal B.B., Gornakova A.S., Mazilkin A.A., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Baretzky B., Jiang J.-Z., Dobatkin S.V. Phase transformations in the severe plastically deformed Zr-Nb alloys // Materials Letters. 2012. V. 81. P. 225-228

226. Usikov M.P., Zilbershtein V.A. The orientation relationship between the α - and ω -phase of titanium and zirconium // Physica Status Solidi A. 1973. V. 19. P. 53-58

227. Wang Y.B., Louie M., Cao Y., Liao X.Z., Li H.J., Ringer S.P., Zhud, Y.T. High-pressure torsion induced microstructural evolution in a hexagonal close-packed Zr alloy // Scripta Materialia. 2010. V. 62. V. 214-217

228. Zhilyaev A.P., Gálvez F., Sharafutdinov A., Pérez-Prado M.T. Influence of the high pressure torsion die geometry on the allotropic phase transformations in pure Zr // Materials Science and Engineering A. 2010. V. 527. P. 3918-3928

229. Zhilyaev A.P., Sabirov I., González-Doncel G., Molina-Aldareguía J., Srinivasarao B., Pérez-Prado M.T. Effect of Nb additions on the microstructure, thermal stability and mechanical behavior of high pressure Zr phases under ambient conditions // Materials Science and Engineering A. 2011. V. 528. P. 3496-3505

230. Зильберштейн В.А., Чистотина Н.П., Жаров А.А., Гришина Н.С., Эстрин Я.И. Альфа-омега превращение в титане и цирконии при сдвиговой деформации под давлением // Физика металлов и металловедение. 1975. Т. 39, № 2. С. 445-447.

231. Rogachev S.O., Sundeev R.V., Nikulin S.A. Effect of severe plastic deformation by high-pressure torsion at different temperatures and subsequent annealing on structural and phase transformations in Zr-2.5% Nb alloy // Journal of

Alloys and Compounds. 2021. V. 865. P. 158874

232. Rogachev S.O., Nikulin S.A., Rozhnov A.B., Gorshenkov M.V. Microstructure, Phase Composition, and Thermal Stability of Two Zirconium Alloys Subjected to High-Pressure Torsion at Different Temperatures // *Advanced Engineering Materials*. 2018. V. 20. N. 1800151

233. Никулин С.А., Рожнов А.Б., Хаткевич В.М., Турченко В.А., Хотулев Е.С., Рогачев С.О. Влияние ступенчатого РКУ-прессования на структурно-фазовые превращения и механические свойства сплава Zr-2,5% Nb // VI Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Москва. 10-13 ноября 2015 г./ Сборник материалов. – М: ИМЕТ РАН, 2015. С. 302-303

234. Nikulin S., Dobatkin S., Rogachev S. Nanocrystalline zirconium alloys obtained by severe plastic deformation // *Journal of Physics: Conference Series*. 2013. V. 416. P. 012005

235. Douglass D.L. The Metallurgy of Zirconium, International Atomic Energy Agency, Vienna, 1971

236. Займовский А.С., Никулина А.В., Решетников Ф.Г. Циркониевые сплавы в атомной промышленности. М.: Энергоатомиздат, 1994. 253 с.

237. Byeli A.V., Kukareko V.A., Kononov A.G. Titanium and zirconium based alloys modified by intensive plastic deformation and nitrogen ion implantation for biocompatible implants // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2012. V. 6. P. 89-94

238. Steinemann S.G. Corrosion of surgical implants – in vivo and in vitro tests, evaluation of biomaterials, New York: Wiley, 1980. P. 1-34.

239. Фадеев А.Ю. Цирконий в ортопедической стоматологии // *Медтехника и медизделия*. 2002. № 4(10). С. 26-30.

240. Шапошников Ю.Г., Шерепо К.М., Горохов В.Ю., Берченко Г.Н. Цирконий для эксплантатов в травматологии и ортопедии // *Ортопедия, травматология и протезирование*. 1993. № 1. С. 31-33.

241. Рогачев С.О., Никулин С.А., Хаткевич В.М. Влияние деформации

сдвигом под давлением при различных температурах на механические свойства циркониевого сплава Э125 // Цветные металлы. 2021. № 5. С. 65-70

242. Lee B.S., Kim M.H., Hwang S.K., Kwun S.I., Chae S.W. Grain refinement of commercially pure zirconium by ECAP and subsequent intermediate heat treatment // Materials Science and Engineering A. 2007. V. 449–451. P. 1087-1089

243. Никулин С.А., Котрехов В.А., Рожнов А.Б., Хаткевич В.М., Рогачев С.О., Заводчиков А.С. Механические свойства и характер разрушения трубной заготовки из циркониевого сплава Э110 после радиальнойковки с различной степенью деформации // Деформация и разрушение материалов. 2012. № 2. С. 36-42.

244. Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Никулин С.А., Копылов В.И., Просвирнин Д.В., Рогачев С.О., Банных И.О. Влияние равноканального углового прессования на усталостную прочность титана и циркониевого сплава // Деформация и разрушение материалов. 2010. № 8. С. 26-33

245. Кукареко В.А., Копылов В.И., Кононов А.Г., Рогачев С.О., Никулин С.А., Добаткин С.В. Структурные превращения при нагреве сплава Zr-2,5%Nb, подвергнутого равноканальному угловому прессованию // Металлы. 2010. № 4. С. 75-81

246. Шаркеев Ю.П., Ерошенко А.Ю., Данилов В.И., Толмачев А.И., Уваркин П.В., Абзаев Ю.А. Микроструктура и механические свойства наноструктурированных и ультрамелкозернистых титана и циркония, сформированных методом интенсивной пластической деформации // Известия высших учебных заведений. Физика. 2013. Т. 56. № 10. С. 47-53.

247. Companhoni M.V.P., Matheus J.R.G., Marcondes T.L., Pinto A.L. Analysis of microstructure and microhardness of Zr-2.5Nb processed by High-Pressure Torsion (HPT) // Journal of Materials Science. 2012. V. 47. P. 7835-7840

248. Rogachev S.O., Nikulin S.A., Khatkevich V.M., Gorshenkov M.V., Sundeev R.V., Veligzhanin A.A. Effect of annealing on structural and phase transformations and mechanical properties of ultrafine-grained E125 zirconium

- alloy obtained by high-pressure torsion // *Materials Letters*. 2017. V. 206. P. 26-29
249. Rozhnov A.B., Rogachev S.O., Alsheikh Khanan, Prosvirnin D.V. Cyclic Strength of the Zr–1% Nb Alloy after Equal Channel Angular Pressing // *Physics of Metals and Metallography*. 2022. V. 123. N. 1. P. 109–116
250. Nikulin S.A., Rozhnov A.B., Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Turchenko V.A., Khotulev E.S. Investigation of structure, phase composition, and mechanical properties of Zr-2.5% Nb alloy after ECAP // *Materials Letters*. 2016. V. 169. P. 223-226
251. С.О. Рогачев, В.А. Андреев, М.В. Горшенков, Д.В. Тен, А.С. Кузнецова, А.Б. Щербаков. Улучшение прочностных характеристик сплава Zr–2.5% Nb ротационной ковкой // *Физика металлов и металловедение*.–2022. Т. 123. № 9. С. 1002–1008
252. Gladkovsky S.V., Kuteneva S.V., Kamantsev I.S., Galeev R.M., Dvoynikov D.A. Formation of the Mechanical Properties and Fracture Resistance Characteristics of Sandwich Composites Based on the 09g2s Steel and the Ep678 High-Strength Steel of Various Dispersion // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. 2017. N. 6. P. 71-90.
253. Ashby M.F., Bréchet Y.J.M. Designing hybrid materials // *Acta Materialia*. 2003. V. 51. P. 5801-5821.
254. Ashby M. Designing architected materials // *Scripta Materialia*. 2013. V. 68. P. 4-7.
255. Ashby M.F. Hybrids to fill holes in material property space // *Philosophical Magazine*. 2005. V. 85. P. 3235–3257
256. Малютина Ю.Н., Степанова Н.В., Черков А.Г., Чучкова Л.В. Сварка разнородных материалов с использованием промежуточных вставок, содержащих медь и тантал // *Обработка металлов*. 2015. № 4. С. 61–71
257. Beygelzimer Y., Estrin Y., Kulagin R. Synthesis of hybrid materials by severe plastic deformation: A new paradigm of SPD processing // *Advanced Engineering Materials*. 2015. V. 17. P. 1853-1861.
258. Bouaziz O., Kim H.S., Estrin Y. Architecturing of metal-based

composites with concurrent nanostructuring: A new paradigm of materials design // *Advanced Engineering Materials*. 2013. V. 15. P. 336-340.

259. Chang S.-Y., Lee K.-S., Ryu S.K., Park K.-T., Shin D.H. Effect of Equal Channel Angular Pressing on the Distribution of Reinforcements in the Discontinuous Metal Matrix Composites // *Materials Transactions* 2002. V. 43. P. 757-761

260. Xue Y., Jiang B., Bourgeois L., Dai P., Mitomea M., Zhang C., Yamaguchi M., Matveev A., Tang C., Bando Y., Tsuchiya K., Golberg D. Aluminum matrix composites reinforced with multi-walled boron nitride nanotubes fabricated by a high-pressure torsion technique // *Materials and Design*. 2015. V. 88. P. 451–460

261. Chandran P., Zafari A., Lui E.W., Xia K. Processing and characterization of Al-Al₃Nb prepared by mechanical alloying and equal channel angular pressing // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2017. V. 194. P. 012008

262. Kulagin R., Beygelzimer Y., Bachmaier A., Pippan R., Estrin Y. Benefits of pattern formation by severe plastic deformation // *Applied Materials Today*. 2019. V. 15. P. 236-241

263. Rogachev S., Nikulin S., Khatkevich V., Molyarov A., Komissarov A., Utkina K. Structure and mechanical properties of a hybrid material with copper matrix and steel fibers after ECAP // *Materials Research Express*. 2017. V. 4. P. 125011

264. Рогачев С.О., Никулин С.А., Хаткевич В.М., Табачкова Н.Ю., Сундеев Р.В. Особенности структурообразования и упрочнение гибридного материала на основе ванадиевого и циркониевого сплавов при сдвиговой деформации под давлением // *Деформация и разрушение материалов*. 2017. № 9. С. 35-39

265. Bevk J., J.P. Harbison, J.L. Bell. Anamalous increase in strength of in-situ formed Cu-Nb multifilamentary composites // *Journal of Applied Phisics*. 1978. V. 49. P. 6031-6038

266. Huang B., Ishihara K., Shingu P. Bulk nano-scale Fe/Cu multilayers produced by repeated pressing-rolling and their magnetoresistance // Journal of Materials Science Letters. 2000. V. 19. P. 1763-1765.
267. Huang B., Ishihara K., Shingu P. Preparation of high strength bulk nano-scale Fe/Cu multilayers by repeated pressing-rolling // Journal of Materials Science Letters. 2001. V. 20. P. 1669-1670.
268. Huang B., Ishihara K.N., Shingu P.H. Bulk nano-scale Fe/Cu multilayers produced by repeated pressing-rolling and their magnetoresistance // Journal of materials science letters. 2000. V. 19. P. 1763-1765
269. Kim I.-K., Hong S.I. Effect of heat treatment on the bending behavior of tri-layered Cu/Al/Cu composite plates // Materials & Design. 2013. V. 47. P. 590-598.
270. Lee D., Ryan D., Altounian Z., Kuprin A. Structural and magnetic properties of Cu/Fe multilayers // Physical Review B. 1999. V. 59. P. 7001–7009.
271. Leedy K.D., Stubbins J.F. Copper alloy–stainless steel bonded laminates for fusion reactor applications: crack growth and fatigue // Materials Science and Engineering A. 2001. V. 297. P. 19–25.
272. Leedy K.D., J.F. Stubbins, Copper alloy–stainless steel bonded laminates for fusion reactor applications: tensile strength and microstructure, Materials Science and Engineering A. 2001. V. 297. P. 10–18.
273. Yihang Y., Wang D., Lin J., Khan D.F., Lin G., Ma J. Evolution of structure and fabrication of Cu/Fe multilayered composites by a repeated diffusion-rolling procedure // Materials and Design. 2015. V. 85. P. 635–639
274. Kocich R., Kunčická L., Král P., Strunz P. Characterization of innovative rotary swaged Cu-Al clad composite wire conductors // Materials & Design. 2018. V. 160. P. 828-835.
275. Kocich R., Kunčická L., Macháčková A., Šofer M. Improvement of mechanical and electrical properties of rotary swaged Al-Cu clad composites // Materials & Design. 2017. V. 123. P. 137-146.
276. Kocich R., Macháčková A., Kunčická L., Fojtík F. Fabrication and

characterization of cold-swaged multilayered Al–Cu clad composites // Materials and design. 2015. V. 71. P. 36-47.

277. Zhang Q., Zhang Y., Cao M., Ben N., Ma X., Ma H. Joining process for copper and aluminum tubes by rotary swaging method // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2017. V. 89. P. 163-173.

278. С.О. Рогачев, Р.В. Сундеев, В.А. Андреев, Н.В. Андреев, Н.Ю. Табачкова, Н.О. Короткова. Микроструктура и электропроводность медно-алюминиевых композитов, полученных ротационной ковкой // Физика металлов и металловедение // 2022. Т. 123. № 12. С. 1267-1274

279. Rogachev S.O., Sundeev R.V., Andreev V.A., Andreev N.V., Ten D.V., Nikolaev E.V., Tabachkova N.Yu., Khatkevich V.M. Structure, Mechanical and Physical Properties of Cu/Al–10% La Composite Produced by Rotary Forging // Metals. 2022. V. 12. P. 1755

280. Rogachev S.O., Andreev V.A., Yusupov V.S., Bondareva S.A., Hatkevich V.M., Nikolaev E.V. Effect of rotary forging on microstructure evolution and mechanical properties of aluminum alloy / copper bimetallic material // Metals and Materials International. 2022. V. 28. P. 1038-1046

281. Рогачев С.О., Сундеев Р.В., Андреев В.А., Николаев Е.В., Тен Д.В., Токарь А.А. Влияние отжига на механическое поведение при растяжении медно-алюминиевых композитов, полученных ротационной ковкой // Деформация и разрушение материалов. 2022. № 12. С. 31-38

282. Рогачев С.О., Сундеев Р.В., Андреев В.А., Юсупов В.С., Хаткевич В.М., Николаев Е.В., Бондарева С.А. Механическое поведение медно-алюминиевого плакированного композита в процессе ротационнойковки // Деформация и разрушение материалов. 2021. № 11. С. 15-22

283. Рогачев С.О., Андреев В.А., Юсупов В.С., Хаткевич В.М., Николаев Е.В., Перкас М.М., Бондарева С.А. Структура и механические свойства биметаллических проводов «алюминиевый сплав / медь» после ротационнойковки // Металловедение и термическая обработка металлов. 2020. № 12. С. 26-31

284. Pereira P.H.R., Huang Y., Langdon T.G. Examining the Thermal Stability of an Al-Mg-Sc Alloy Processed by High-Pressure Torsion // *Materials Research*. 2017. V. 20. P. 39-45

285. Zha M., Li Y., Mathiesen R., Bjørge R., Roven H.J. Microstructure, hardness evolution and thermal stability of binary Al-7Mg alloy processed by ECAP with intermediate annealing // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2014. V. 24. P. 2301–2306.

286. Jiang H., Zhu Y.T., Butt D.P., Alexandrov I.V., Lowe T.C. Microstructural evolution, microhardness and thermal stability of HPT-processed Cu // *Materials Science and Engineering A*. 2000. V. 290. P. 128-138

287. Rogachev S.O., Naumova E.A. Thermal stability of Al-Ca and Al-Ce alloys obtained by high-pressure torsion // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2021. V. 30. P. 9192–9199

288. Rogachev S.O., Belov N.A., Cherkasov S.O., Sundeev R.V. Joint effect of electromagnetic casting and high-pressure torsion on the structure and hardening of Al_{3.3}Cu_{2.5}Mn_{0.5}Zr (wt%) alloy // *Materials Letters*. 2022. V. 324. P. 132776

289. Belov N.A., Akopyan T.K., Korotkova N.O., Shurkin P.K., Timofeev V.N., Raznitsyn O.A., Sviridova T.A. Structure and heat resistance of high strength Al–3.3%Cu–2.5%Mn–0.5%Zr (wt.%) conductive wire alloy manufactured by electromagnetic Casting // *Journal of Alloys and Compounds*. 202. V. 891. P. 161948.

290. Рогачев С.О., Наумова Е.А., Табачкова Н.Ю., Тен Д.В., Сундеев Р.В., Задорожный М.Ю. Влияние кручения под высоким давлением на структуру и механические свойства сплава Al–Ca–Cu // *Физика металлов и металловедение*. 2023. Т. 124. № 6. С. 550–556

291. Rogachev S.O., Nikulin S.A., Khatkevich V.M. Structural and Phase Transformations in Internally Nitrided Corrosion-Resistant Steel during Severe Plastic Deformation and Subsequent Annealings // *Steel Research International*. 2017. V. 88. P. 1700070

292. Никулин С.А., Рогачев С.О., Рожнов А.Б., Хаткевич В.М.,

Нечайкина Т.А., Морозов М.В. Структура и свойства слоистого композита сталь / ванадиевый сплав / сталь, полученного кручением под высоким давлением // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 12. С. 6-9

293. Danilenko V.N., Sergeev S.N., Baimova J.A., Korznikova G.F., Nazarov K.S., Khisamov R.Kh., Glezer A.M., Mulyukov R.R. An approach for fabrication of Al-Cu composite by high pressure torsion // Materials Letters. 2019. V. 236. P. 51-55

294. Kawasaki M., Han D.-K., Han J.-K., Jang J., Langdon T.G. Fabrication of hybrid metal systems through the application of high-pressure torsion // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 2017. V. 194. P. 012002

295. Korznikova G.F., Korznikova E.A., Khalikova G.R., Nazarov K.S., Khisamov R.K., Sergeev S.N., Shayakhmetov R.U., Mulyukov R.R. Al based layered in situ metal-matrix composites fabricated by constrained high pressure torsion // Letters on Materials. 2021. V. 11. P. 533-543

296. Qiao X., Li X., Zhang X., Chen Y., Zheng M., Golovin I.S., Gao N., Starink M.J. Intermetallics formed at interface of ultrafine grained Al / Mg bi-layered disks processed by high pressure torsion at room temperature // Materials Letters. 2016. V. 181. P. 187-190

297. Han J.-K., Park J.-M., Ruan W., Carpenter K.T., Tabei A., Jang J., Kawasaki M. Size effect on microstructural evolution and micromechanical responses of mechanically bonded aluminum and magnesium by high-pressure torsion // Advanced Engineering Materials. 2020. V. 22. P. 1900971

298. Kulagin R., Beygelzimer Y., Ivanisenko Y., Mazilkin A., Hahn H. High Pressure Torsion: from Laminar Flow to Turbulence // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2017. V. 194. P. 012045

299. Kulagin R., Beygelzimer Y., Ivanisenko Yu., Mazilkin A., Straumal B., Hahn H. Instabilities of interfaces between dissimilar metals induced by high pressure torsion // Materials Letters. 2018. V. 222. P. 172-175

300. Psakhie S.G., Smolin A.Yu., Shilko E.V., Korostelev S.Yu., Dmitriev A.I., Alekseev S.V. About the features of transient to steady state deformation of

solids // Journal of Materials Science and Technology. 1997. V. 13. N 1. P. 69-72.

301. Константинова Т.Е. Эволюция дислокационной структуры металлических систем в условиях высоких давлений // Физика и техника высоких давлений. 2009. Т. 19. № 1. С. 7-29

302. Псахье С.Г., Зольников К.П., Дмитриев А.И. и др. О динамических дефектах вихревого характера в деформируемом материале // Физическая мезомеханика. 2013. Т. 16. № 4. С. 29-37

303. Rogachev S.O., Nikulin S.A., Khatkevich V.M., Sundeev R.V., Komissarov A.A. Features of Structure Formation in Layered Metallic Materials Processed by High Pressure Torsion // Metallurgical and Materials Transactions A. 2020. V. 51. P. 1781-1788

304. Rogachev S.O., Sundeev R.V., Kozlov D.A., Khalidova D.V. Structure and Hardening of Layered Steel/Copper/Steel Material Subjected to Co-Deformation by High-Pressure Torsion // Physics of Metals and Metallography. 2019. V. 120. P. 191-196

305. Rogachev S.O., Sundeev R.V., Tabachkova N.Yu. High pressure torsion-induced amorphous phase in a multilayer V-10Ti-5Cr / Zr-2.5Nb / V-10Ti-5Cr hybrid material // Materials Letters. 2019. V. 234. P. 220-223

306. Rogachev S.O., Sundeev R.V., Khatkevich V.M. Evolution of the structure and strength of steel/vanadium alloys/steel hybrid material during severe plastic deformation // Materials Letters. 2016. V. 173. P. 123-126

307. Рогачев С.О., Никулин С.А., Сундеев Р.В. Формирование вихревых структур в металлических гибридных материалах при деформации кручением под давлением // Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallorv // Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallorv. 2018. № 4. С. 23-27

308. Rogachev S.O., Nikulin S.A., Rozhnov A.B., Khatkevich V.M., Nechaykina T.A., Gorshenkov M.V., Sundeev R.V. Multilayer “Steel/Vanadium Alloy/Steel” Hybrid Material Obtained by High-Pressure Torsion at Different Temperatures // Metallurgical and Materials Transactions A. 2017. V. 48. P. 6091-

309. Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Nikulin S.A., Ignateva M.V., Gromov A.A. High thermally stable multi-layer steel/vanadium alloy hybrid material obtained by high-pressure torsion // *Materials Letters*. 2019. V. 255. P. 126527
310. Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Sundeev R.V. High strength in layered metal composites obtained by high-pressure torsion // *Materials Letters*. 2021. V. 303. P. 130567
311. Gronostajski Z., Hawryluk M. The main aspects of precision forging // *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 2008. V. 8. P. 39-55
312. Gronostajski Z., Kaszuba M., Hawryluk M., Zwierzchowski M. A review of the degradation mechanisms of the hot forging tools // *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 2014. V. 14. P. 528–539
313. Колмогорцев И.В., Ледовских Е.В., Осипов С.А., Шмаков А.К. Анализ теплового состояния заготовки в процессе горячей объемной штамповки // *Металлург*. 2015. № 12. С. 16-19
314. Крылова С.Е., Клецова О.А., Грызунов В.И., Фот А.П., Тавтилов И.Ш. Влияние термической обработки на структуру и свойства штамповой стали 70X3Г2ФТР // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2017. № 10. С. 4-10
315. Deirmina F., Pellizzari M., Federici M. Production of a powder metallurgical hot work tool steel with harmonic structure by mechanical milling and spark plasma sintering // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2017. V. 48. P. 1910-1920
316. Озерский А.Д., Кругляков А.А. Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. Л.: ЛДНТП. 1988. 28 с.
317. Кругляков А.А. Влияние легирующих элементов на упрочнение штамповых сталей в аустенитном состоянии при высокотемпературной пластической деформации // *Деформация и разрушение материалов*. 2019. № 3. С. 28-32

318. Кругляков А.А., Лебедева Н.В., Солнцев Ю.П. Исследование процессов упрочнения в сталях с регулируемым аустенитным превращением для прессового инструмента // Металлы. 2006. № 1. С. 76-79.

319. Кругляков А.А. Влияние легирующих элементов на упрочнение штамповых сталей в аустенитном состоянии при высокотемпературной пластической деформации // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 3. С. 28-32

320. Орлов Ю.Г., Дудецкая Л.Р. Материалы и технологии изготовления литого штампового инструмента. Минск: Беларуская навука, 2010. 171 с.

321. Рогачев С.О., Кругляков А.А., Лебедева Н.В. Новая высокопрочная штамповая сталь для горячего прессования // Инновационные технологии, оборудование и материалы заготовительных производств в машиностроении : Международная научно-техническая конференция (Москва, 24–26 мая 2022 г.) : сборник трудов / [под общ. ред. В. Ю. Лавриненко]; Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана (национальный исследовательский университет)». – Москва : Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2022. – С. 255-258

322. Krugljakow A.A., Nikulin S.A., Rogachev S.O., Nguyen Hoan Xuan, Lebedeva N.V., Panova G.A. Hot-hardening phenomenon in die steel during thermomechanical processing // Materials Letters. 2020. V. 266. P. 127475

323. Кругляков А.А., Рогачев С.О., Никулин С.А., Нгуен Х.С., Лебедева Н.В., Панова Г.А. Стабилизация состояния горячего наклепа штамповой стали при термомеханической обработке // Деформация и разрушение материалов. 2022. № 5. С. 33-39

324. Никулин С.А., Кругляков А.А., Рогачев С.О., Панова Г.А., Лебедева Н.В. Штамповая сталь // Патент на изобретение RU 2744584, заяв. 18.12.2019, опубл. 11.03.2021. Бюл. № 8

325. Ishikawa T. Understanding and controlling microstructural evolution in

metal forming: an overview, Microstructure Evolution in Metal Forming Processes // Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 2012. pp. 3–16.

326. Lu J., Hultman L., Holmström E., Antonsson K.H., Grehk M., Li W., Vitos L. A. Golpayegani, Stacking fault energies in austenitic stainless steels // Acta Materialia. 2016. V. 111. P. 39-46.

327. Zuo J., Hou L., Shi J., Cui H., Zhuang L., Zhang J. Effect of deformation induced precipitation on dynamic aging process and improvement of mechanical/corrosion properties AA7055 aluminum alloy // J Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 708. P. 1131-1140.

328. Zuo J., Hou L., Shu X., Peng W., Yin A., Zhang J. Investigation of deformation induced precipitation and the related microstructure evolution of Al–Zn–Mg–Cu alloy // Materials Research Express. 2020. V. 7. P. 106529.

329. Liu B., Li Y., Matsumoto H., Koizumi Y., Liu Y., Chiba A. Enhanced grain refinement through deformation induced α precipitation in hot working of $\alpha + \beta$ titanium alloy // Advanced Engineering Materials. 2012. V. 14. P. 785-789.

330. Petković R.A., Luton M.J., Jonas J.J. Recovery and recrystallization of carbon steel between intervals of hot working // Canadian Metallurgical Quarterly. 2013. V. 14. P. 137-145.

331. Shabashov V.A., Makarov A.V., Kozlov K.A., Sagaradze V.V., Zamatovskii A.E., Volkova E.G., Luchko S.N. Deformation-induced dissolution and precipitation of nitrides in austenite and ferrite of a high-nitrogen stainless steel // Physics of Metals and Metallography. 2018. V. 119. P. 180-190.

332. Wang L., Li H., Li G., Tang Z., Ma M. Microstructural evolution and flow behavior of 2205 and 2507 duplex stainless steel during double pass hot compressive deformation // Chinese Journal of Materials Research. 2016. V. 30. P. 888-896.

333. Бернштейн М.Л., Штремель М.А. О наследственном влиянии наклепа на свойства стали // Физика металлов и металловедение. 1963. Т. 15. № 1. С. 82-90.

334. Лебедева Н.В., Панова Г.А., Кругляков А.А., Рогачев С.О. Способ

упрочняющей обработки инструмента из штамповых сталей // Патент на изобретение RU 2776893, заяв. 22.11.2021, опубл. 28.07.2022 Бюл. № 22

335. Кругляков А.А., Рогачев С.О., Соколов П.Ю., Приуполин Д.В. Условия сохранения горячего наклепа в штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. 2023. Т. 66. № 5. С. 545-578

Приложение А



ИМЕТ РАН

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, г. Москва, Ленинский пр., 49
Тел. +7 (499) 135-20-60, факс: +7 (499) 135-86-80
E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>
ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702
ИНН/КПП 7736045483/773601001

В Диссертационный совет
НИТУ МИСИС

Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1
Москва 119049

10.11.2023 № 12202-6215-647/15

На № _____ от _____

«О/Об»

Справка о технологическом опробовании

Настоящим подтверждаем, что в рамках Госзадания ИМЕТ РАН решалась задача упрочнения различных листовых металлов с использованием роликовых правильных агрегатов. С использованием результатов, полученных в ходе диссертационного исследования Рогачева С.О., разработана методика упрочнения листовых металлических материалов с использованием знакопеременной упруго-пластической деформации и предложен способ одновременной правки полуфабриката и его упрочнения без потери пластичности за счет знакопеременной деформации изгибом, который был освоен в производственных условиях ИМЕТ РАН и рекомендован для использования в существующих и перспективных технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов.

Зам. директора ИМЕТ РАН
по научной работе

Юсупов В.С.

Отв. исполнитель: в.н.с., Андреев Владимир Александрович
Тел.: +7 (499) 135-44-84
E-mail: andreev.icmateks@gmail.com

Приложение Б

В Диссертационный совет НИТУ МИСИС
119049, г. Москва, Ленинский пр., д. 4, стр. 1:

Справка о внедрении

Настоящим подтверждаем, что результаты диссертационного исследования Рогачева С.О. на тему: «Структурные факторы и способы управления прочностью и пластичностью сплавов в широком диапазоне температур» обладают актуальностью, представляют практический интерес и были использованы ООО «ЗД-КОМПОНЕНТ» в разработке концепции новых конкурентоспособных имплантологических систем, стоматологических имплантатов и супраструктур, технологических процессов производства. В частности в ходе диссертационном исследовании была разработана технология обработки длинномерных прутков из биоинертного сплава Zr-2,5% Nb методом ротационной ковки с последующей правкой и шлифовкой заготовок, обеспечивающая оптимальную геометрию заготовок и комплекс механических свойств, удовлетворяющие требованиям к конструкционному материалу для изготовления медицинских имплантатов, супраструктур и требованиям со стороны линии автоматического токарно-фрезерного оборудования с ЧПУ. Из полученных по такой технологии заготовок ООО «ЗД-КОМПОНЕНТ» освоило производство конструктивных элементов стоматологических имплантатов, супраструктур и вспомогательных изделий в сборе.

Ген. директор



Щербаков А.Б.

Приложение В



117449, г. Москва, ул. Карьер, д. 2А, стр. 1, офис 137
тел./факс: (495) 545-42-98
ОГРН 1127747279428, ИНН 7736653555, КПП 773601001
Сайт: <http://matek-sma.ru>
E-mail: matek-sma@matek-sma.ru

ИСХ. № _08-11/11-23_____
ДАТА _02.11.2023__

В Диссертационный совет НИТУ МИСИС
119049, г. Москва, Ленинский пр., д. 4, стр. 1.

Справка о внедрении

Настоящим подтверждаем, что в компании ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» при участии Рогачева С.О. решалась практическая задача создания электрического провода повышенной прочности и малой плотности для применения в электротехнике. В рамках диссертационного исследования Рогачева С.О. на тему: «Структурные факторы и способы управления прочностью и пластичностью сплавов в широком диапазоне температур» разработан новый композиционный материал «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La». В производственных условиях ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» получены образцы композиционного материала виде проволоки диаметром 0,75–0,5 мм и длиной около 0,3 км со следующими характеристиками:

- предел текучести 220 МПа, предел прочности 265 МПа, относительное удлинение 8 %;
- термостойкость до 300 °С;
- электропроводность свыше 70 % IACS.

Полученное изделие применяется компанией ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» на коммерческой основе.

Генеральный директор
К.Т.Н.



Андреев В.А.

Приложение Г



В Диссертационный совет НИТУ МИСИС
119049, г. Москва, Ленинский пр., д. 4, стр. 1.

Исх. № 00124-ST/23 от 02.11.2023г.

Акт технологического опробования

Настоящим подтверждаем, что разработанные в рамках диссертационного исследования Рогачева С.О. схемы и режимы деформационно-термической обработки новой экономнолегированной стали для горячего прессования (сталь с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации) были опробованы в производственных условиях компании ООО «НПК «СПЕЦСТАЛЬ» ИНН 7708299510 в сравнении со сталью 3Х28Ф. Результаты показали, что при рабочих температурах до 800 °С ресурс стойкости штампового инструмента из новой стали увеличивается в 5-10 раз по сравнению со сталью 3Х28Ф.

Полученные результаты прогнозируют возможность повышения стойкости штампового инструмента при внедрении указанных сталей в промышленность и получения значительного экономического эффекта.

С уважением,

Генеральный директор

107140, г. Москва, Красносельская Верхняя ул. д.3А
Тел. (495) 306-14-92
Тел. моб. (963) 998-48-94
Email: npkspecialsteel@gmail.com
Сайт: <http://st-steel.ru/>



Е.А. Левин