

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Институт машиностроения
(наименование института полностью)

Кафедра «Нанотехнологии, материаловедение и механика»
(наименование кафедры полностью)

22.03.01 Материаловедение и технологии материалов
(код и наименование направления подготовки, специальности)

«Материаловедение и технологии наноматериалов и наносистем»
(направленность (профиль))

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА (БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА)

На тему **Влияние ротационной ковки на статическую трещиностойкость
титанового сплава ВТ8М-1**

Студент

П.А. Смирнов

(И.О. Фамилия)

(личная подпись)

Руководитель

Доктор технических наук, профессор, Г.В. Клевцов

(ученая степень, звание, И.О. Фамилия)

Тольятти 2020

Аннотация

Объём бакалаврской работы 46 стр., 26 рисунков, 5 таблиц, 23 источника.

Данная работа посвящена исследованию титанового сплава в ультрамелкозернистом состоянии, полученном ротационной ковкой.

Целью работы является определение статической трещиностойкости титанового сплава ВТ8М-1 с ультрамелкозернистой структурой, полученной методом ротационнойковки

Представлены современные принципы и подходы для получения ультрамелкозернистой структуры в деформированных полуфабрикатах из металлов и сплавов, с целью достижения оптимального комплекса функциональных и технологических характеристик.

В ходе работы проводится обработка заготовки для получения необходимой структуры, её анализ, определение основных характеристик полученного материала и их сравнение с характеристиками того же материала с крупнозернистой структурой.

Исследование позволяет выявить особенности структуры и комплекс механических свойств сплава ВТ8М-1 с ультрамелкозернистой структурой, которые отличаются от характерных для сплава в крупнозернистом состоянии.

ABSTRACT

The title of the graduation work is «Effect of rotary forging on static crack resistance of VT8M-1 titanium alloy».

The senior paper consists of an introduction, three parts, a conclusion and list of references including foreign sources.

The key issue of the thesis is to obtain a submicrocrystalline structure of the VT8M-1 alloy. We touch on the problem of giving the selected alloy properties sufficient for its operation.

The purpose of this work is to study the method of obtaining submicrocrystalline structure and compare the properties of the material before and after processing.

The graduation work may be divided into several logically connected parts which are: processing of the workpiece to obtain the necessary structure, analysis of the microstructure, determination of the main characteristics of the resulting material and their comparison with the characteristics of the same material with a coarse-grained structure.

Finally, we compare the obtained material with the original one, showing the extent to which each characteristic changes.

In conclusion we'd like to stress this work is relevant not only for the study of VT8M-1 alloy, but also for the analysis of processes occurring in materials in the process of rotary forging and their influence on the properties of the resulting samples.

Содержание

Введение.....	3
1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР	4
1.1 Современные методы интенсивной пластической деформации	4
1.2 Структура и свойства материалов в ультрамелкозернистом состоянии	15
1.3 Ротационная ковка как метод получения ультрамелкозернистого состояния материалов	28
2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	31
2.1 Исследуемый материал и выбор режимов обработки	31
2.2 Методика исследования структуры и механических свойств сплава ВТ8М	31
2.3 Методика испытания образцов на твердость и растяжение при комнатной температуре и в среде жидкого азота	32
2.4 Методика испытания образцов на статическую трещиностойкость при температуре жидкого азота.....	34
2.5 Макрофрактографические и микрофрактографические исследования	35
3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	37
3.1 Структура и механические свойства сплава ВТ8М-1 после ротационной ковки.....	37
3.2 Механические свойства сплава ВТ8М-1 при растяжении	39
3.3 Статическая трещиностойкость и механизм разрушения ультрамелкозернистого титанового сплава ВТ8М-1 после ротационной ковки	39
Заключение	43
Список используемых источников.....	44

Введение

Основным назначением конструкционных и функциональных материалов является способность выдерживать нагрузки в заданных условиях эксплуатации, удовлетворяя при этом требованиям минимизации массы конструкции, ее надежности, экономичности и функциональности. Поэтому повышение прочности материалов является основной задачей современного материаловедения. В последнее время активное развитие получили методы интенсивной пластической деформации (ИПД), позволяющие получить материал в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии. Изменение структуры, в свою очередь, приводит к получению особых свойств материала. Проведение исследований в этой области предоставит не только характеристики и способы получения конкретных материалов в УМЗ состоянии, но и основание для прогнозирования влияния ИПД на другие металлы и сплавы.

Для получения объемных металлических материалов в УМЗ состоянии в настоящее время широко используют две основные схемы деформирования: равноканальное угловое прессование (РКУП) и интенсивную пластическую деформацию кручением (ИПДК) [8]. Помимо основных методов ИПД, описанных выше, практикуются другие методы получения УМЗ состояния заготовок: многократная прокатка, многократная всесторонняя ковка, винтовая экструзия, комбинированная деформационная обработка с волочением со знакопеременным изгибом с вращением, электропластическая деформация и ряд других методов. Особый интерес с позиции получения заготовок крупных размеров представляет метод ротационной ковки [8, 14].

Целью работы является определение статической трещиностойкости титанового сплава ВТ8М-1 с ультрамелкозернистой структурой, полученной путем ротационнойковки.

1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР.

МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

1.1. Современные методы интенсивной пластической деформации

В связи с развитием методов получения наноструктурных материалов (НС), а также исследованиям механизмов, позволяющим им иметь новые свойства, в последние годы поднимается вопрос о применении НС в качестве конструкционных и функциональных материалов. Несмотря на то, что фундаментальные исследования ещё не завершены, изделия из НС уже используются для медицины и микроустройств.

Согласно исследованиям, формирование наноструктурного состояния материала существенно повышает физико-механические и усталостные свойства. Методы интенсивной пластической деформации позволяют измельчить структуру до наноразмеров, подвергая образцы большим деформациям при высоком давлении. В результате получают ультрамелкозернистый (УМЗ) материал с размером зерна 100-500 нм, содержащий различные наноструктурные элементы, такие как наночастицы, нанодвойники, сегрегации и другие, оказывающие значительное влияние на свойства материала в целом. В то же время в зависимости от исходного материала и методов его обработки, наноматериалы могут иметь специфичные особенности. Например, переход титановых сплавов в УМЗ состояние приводит к повышению удельной прочности, усталостных и эксплуатационных свойств. Далее рассмотрим некоторые виды ИПД.

1.1.1 Интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК)

Метод ИПДК предназначен для измельчения зерна образцов, толщина которых не превышает 2 мм, используя для этого гидростатическое давление от 1 до 10 ГПа. Заготовки помещаются между бойками, один из которых вращается с целью создания сдвиговых деформаций в обрабатываемом материале (рисунок 1.1) [2].

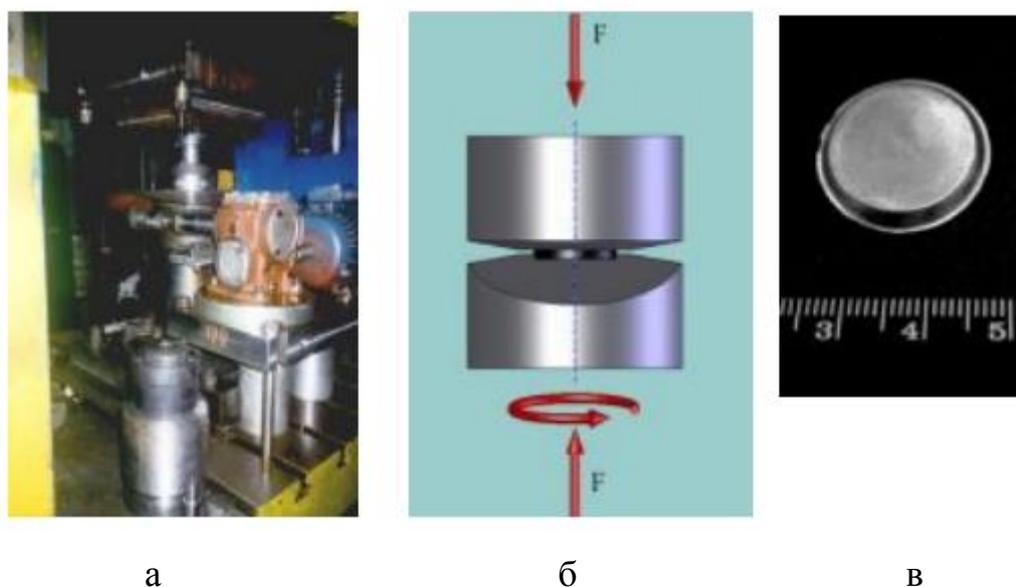


Рисунок 1.1 – Обработка методом ИПДК: а – вид установки ИПДК; б – схема обработки ИПДК; в – вид образца после обработки ИПДК

В процессе ИПД кручением наблюдается отличие величины нормальных напряжений в центре образца и у края. Центральная часть подвержена сжимающим напряжениям, а на периферию действуют растягивающие напряжения. Данное явление связано с особенностями схемы деформации: сопротивление течению материала в центре заготовки, когда у края заготовки в радиальном направлении сопротивления нет.

Наложение на деформируемую массивную заготовку высоких квазигидростатических давлений является одним из важнейших отличий ИПД от больших пластических деформаций. Именно давление в несколько ГПа позволяет иметь большие степени деформации при не разрушении

материала. Достаточно одного или даже половины оборота, чтобы измельчить структуру материала и значительно изменить его свойства. Через несколько оборотов можно получить нанокристаллическую структуру.

Чаще всего метод ИПДК используется для обработки небольших заготовок в форме дисков, однако изготавливаются УМЗ образцы в форме цилиндров, высотой до 8.5мм, и колец, диаметром 30-100мм (рисунок 1.2).

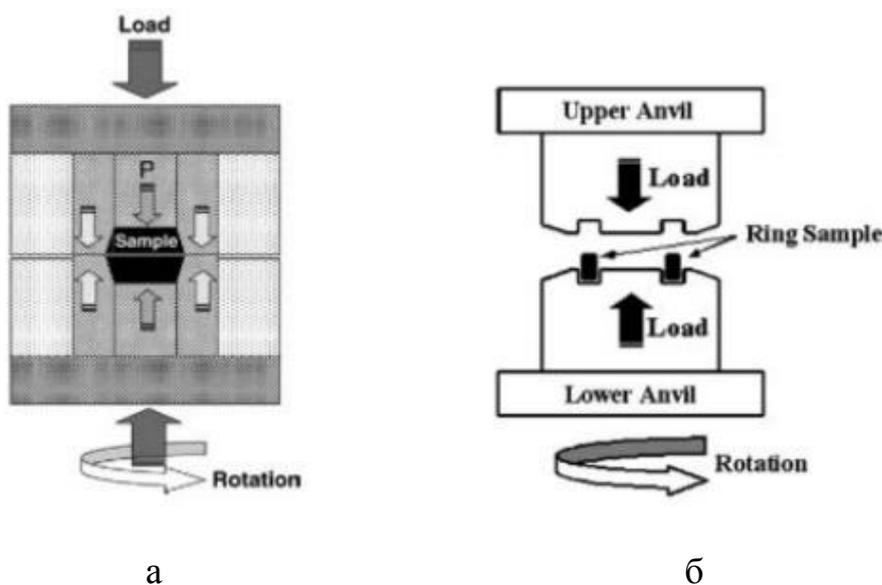


Рисунок 1.2 – Схема обработки методом ИПДК: а – цилиндрических заготовок; б – колец

1.1.2. Равноканальное угловое прессование. Разновидности

Метод равноканального углового прессования (РКУП) предназначен для измельчения структуры материала заготовок диаметром до 60 мм. Он основан на создании сдвиговых деформаций при прохождении заготовок через соединяющиеся каналы, расположенные под прямым углом [18]. Основное отличие этого метода в возможности подвергать материал значительным сдвиговым деформациям, при этом сохраняя первоначальный размер. Сдвиговые деформации накапливаются при повторяющихся процессах прессования, формируя однородную УМЗ структуру.

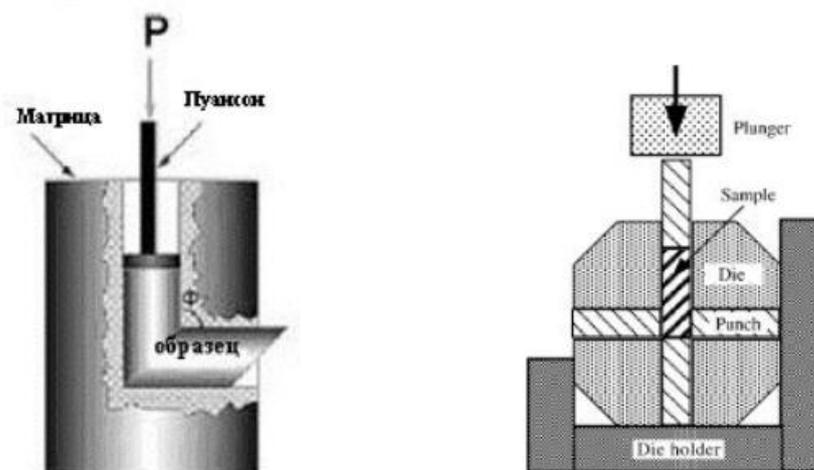


Рисунок 1.3 – Схема обработки: а – РКУП; б – с вращающейся оснасткой

В РКУП используют 4 основных маршрута прохождения заготовок через каналы, задействуя разные системы скольжения. А – маршрут, на котором заготовка не подвергается вращению, B_A предполагает вращение на 90° в разных направлениях, B_C – на 90° в одном направлении, С – вращение на 180° . Таким образом, маршруты задают различное направление деформации сдвига при повторном прохождении заготовки через оснастку.

Для упрощения и автоматизации процесса повторного помещения заготовки во входной канал используют схему РКУП с вращающейся оснасткой (рисунок 1.4 б), которая включает в себя четыре одинаковых канала, которые пересекаются под углом 90° . Процесс деформирования начинается с помещения заготовки, прижимаемой пуансоном, в верхний канал. Также пуансоном закрывается правый канал, из-за чего заготовка может перемещаться лишь влево. Сразу после этого оснастка с заготовкой полностью поворачивается на 90° , что позволяет повторить процесс [18].

Данная схема позволяет точно контролировать температуру процесса, а также уменьшает затрачиваемое время более чем в 4 раза. К недостаткам схемы можно отнести неоднородность структуры и свойств обрабатываемого материала, что возникает из-за малого отношения длины заготовок к их поперечному сечению, что определяет значительную зону низкой проработки

материала. Также при такой схеме возможно применение только одного маршрута без вращения заготовки и затруднено нанесение смазки.

С целью получать длинномерные заготовки, сохраняя преимущества схемы РКУП с вращающейся оснасткой, разработан метод РКУП в параллельных каналах (РКУП-ПК) (рисунок 1.4) и РКУП-Конформ (рисунок 1.5) [17,18].

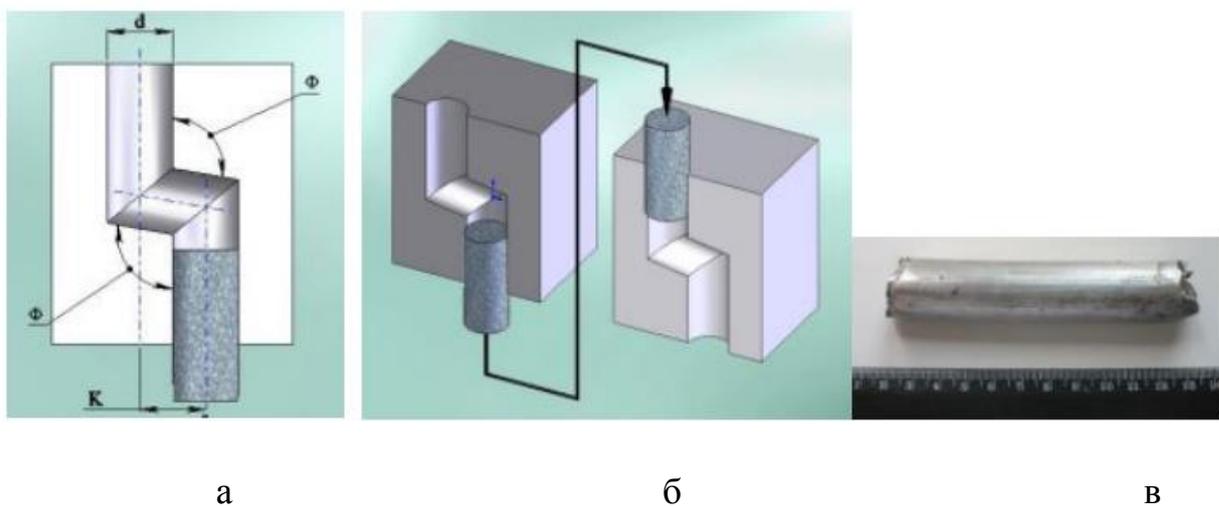


Рисунок 1.4 – РКУП-ПК: а – схема; б – маршрут обработки заготовок РКУП-ПК; в – заготовка алюминиевого сплава после обработки

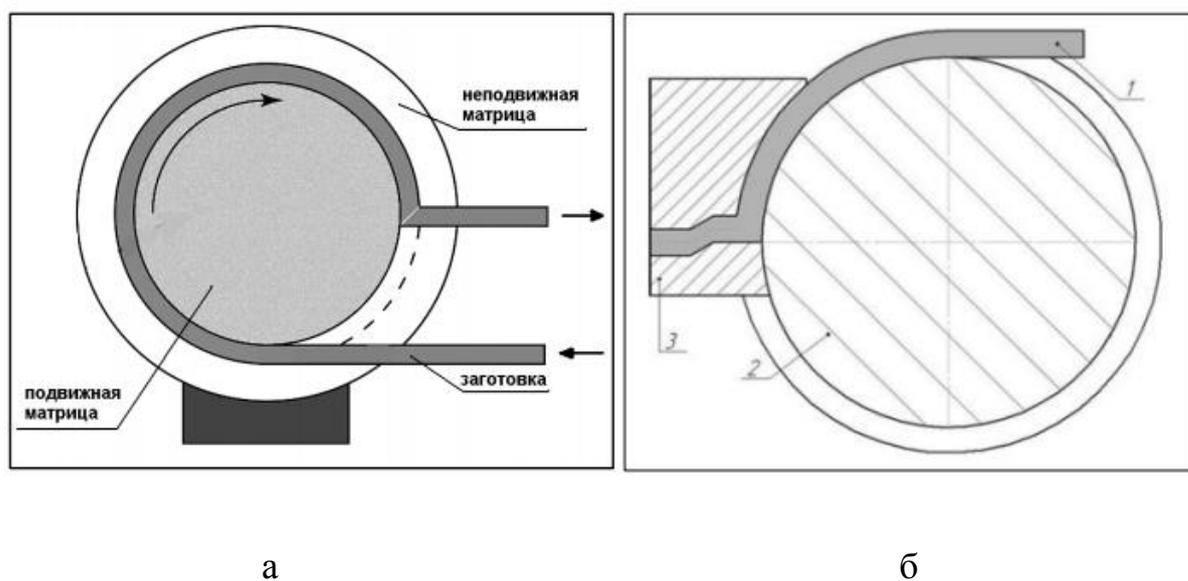


Рисунок 1.5 – Схема обработки: а – РКУП-Конформ; б – Мульти-РКУП-Конформ; 1 – заготовка; 2 – колесо; 3 – матрица

1.1.3. Многократная прокатка

Многократная прокатка – наиболее используемый метод получения УМЗ структуры в листах (рисунок 1.6). Данный метод заключается в разрезании прокатного листа на 2 части и сложении их друг на друга, после чего образованный пакет подвергается деформированию. При прокатке листы соединяются под воздействием диффузии, что также сопровождается уменьшением размера зерна. Операция повторяется множество раз, деформируя заготовку до больших степеней и сохраняя её начальные размеры [15, 16, 19].

Чтобы пластины в пакете были надежно соединены, требуется прокатка в условиях постоянной температуры ($0,4-0,5 T_{пл}$) с обжатием 50% или выше. Для получения УМЗ структуры из материала с зерном 0,4-0,6 мкм, проводят около 7-10 прокатов ($\epsilon = 5,6-8$).

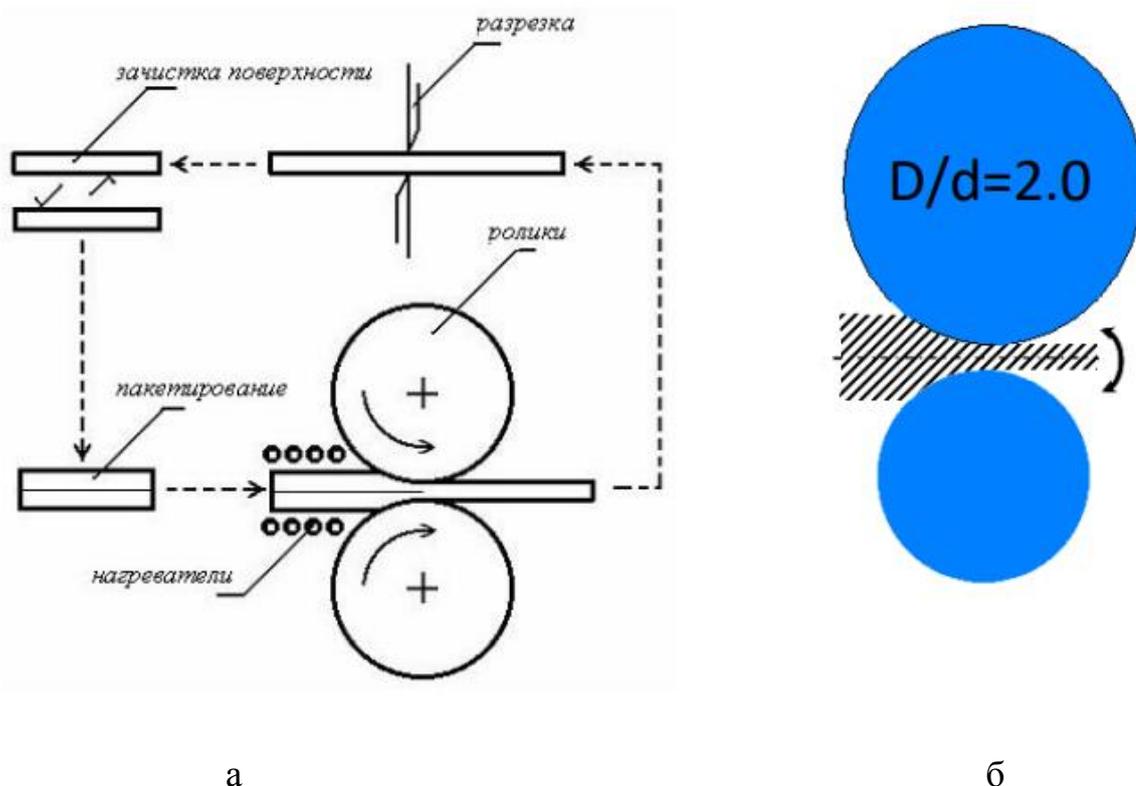


Рисунок 1.6 – Схема обработки: а – многократной прокатки; б – асимметричной прокатки

1.1.4. Винтовая экструзия

Винтовая экструзия (ВЭ) представляет собой продавливание заготовки через винтовой канал, состоящий из заходного (1), винтового (2) и калибрующего (3) участков (рисунок 1.7). По завершении цикла сохраняется форма и размеры заготовки, что позволяет накопить большие пластические деформации материала, проведением многократной обработки.

ВЭ может применяться в установках гидроэкструзии, с целью обработки длинномерных заготовок, таких как трубы, прутки, свёрла и др. К недостаткам метода относят ограниченную деформацию за цикл обработки, что не позволяет накопить достаточные суммарные деформации для получения УМЗ структуры. Также возможно проявление сильной анизотропии свойств заготовок.

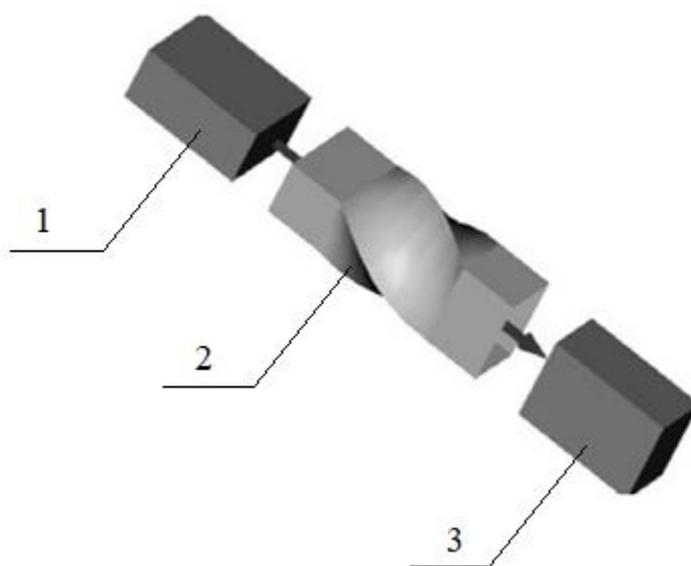


Рисунок 1.7 – Схема канала винтовой матрицы

1.1.5. Комбинированная деформационная обработка с волочением со знакопеременным изгибом с вращением

В данном методе деформация заготовок происходит при их прохождении через конусообразные волокна. Движение заготовок

осуществляется за счёт работы намоточного устройства. Используя систему роликов, материалу дополнительно придают сдвиговую деформацию, создавая знакопеременный изгиб материала при его вращении вокруг своей оси [22].

Эксперименты по получению УМЗ структуры из проволоки стали 75 диаметра 3мм показали, что относительное обжатие первой волокна составляло 12,7% ($d=2,85\text{мм}$), обжатие второй волокна – 8,2% ($d=2,7\text{мм}$).

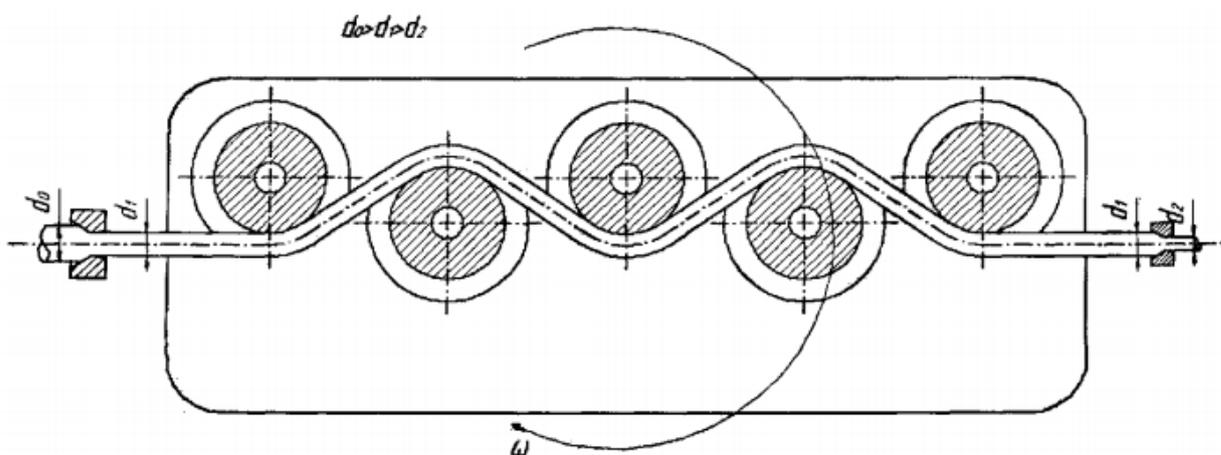


Рисунок 1.8 – Схема комбинированной деформационной обработки волочением со знакопеременным изгибом с вращением

1.1.6. Динамическое канально-угловое прессование (ДКУП)

На образец действует импульс (от горения пороха, электромагнитной энергии), благодаря чему он продавливается через два пересекающихся под прямым углом канала (рисунок 1.9). В этой области давление составляет 2-4 ГПа, а скорость образца около 50-300м/с. Обработка данным методом может быть выполнена многократно.

В данном методе используется одна из двух схем нагружения: поршневая или инерционная. При поршневой схеме движение заготовки приводится постоянно действующим давлением, а при инерционной схеме заготовка разгоняется до её продавливания в каналы.

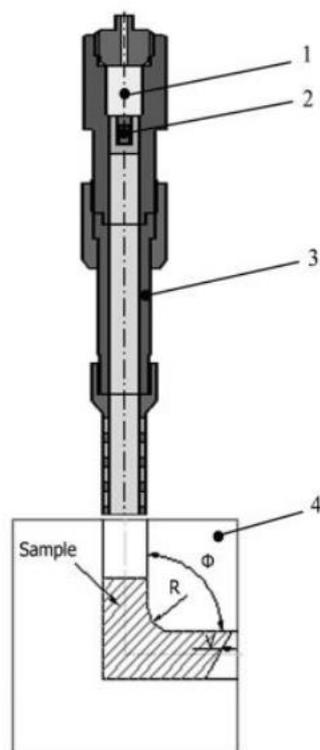


Рисунок 1.9 – Схема обработки ДКУП: 1 – пороховой заряд; 2 – образец; 3 – ствол; 4 – матрица с образцом после обработки ДКУП

1.1.7. Многократная всесторонняя ковка. Разновидности

Этот метод используют для получения массивных заготовок с УМЗ структурой из малопластичных и высокопрочных материалов (рисунок 1.10).

Процесс многократной всесторонней ковки представляет собой чередующиеся этапы протяжки и осадки, после чего следует поворот заготовок на 90° , что позволяет сохранять их исходный размер [1].

Температура и скорость деформации подбирается с целью обеспечить однородное распределение УМЗ структуры после завершения процессов рекристаллизации и фрагментации. Из достоинств данного метода следует выделить равномерную обработку всего объёма заготовки, а также отсутствие требования к наличию специального инструмента. Недостатком метода считается ограничение степени деформации, которую может принять

заготовка за одну операцию, что связано с сохранением исходного размера образца.

Достаточно распространен более простой метод многократной осадки («abc» деформация) (рисунок 1.10). Он состоит из многоциклового садки с поворотом образца на 90° . Преимущества данного метода в сохранении формы изделия, простоте реализации, возможности во время процесса деформации наблюдать поведение материала и в любой момент времени остановить деформацию с целью анализировать микроструктуру.

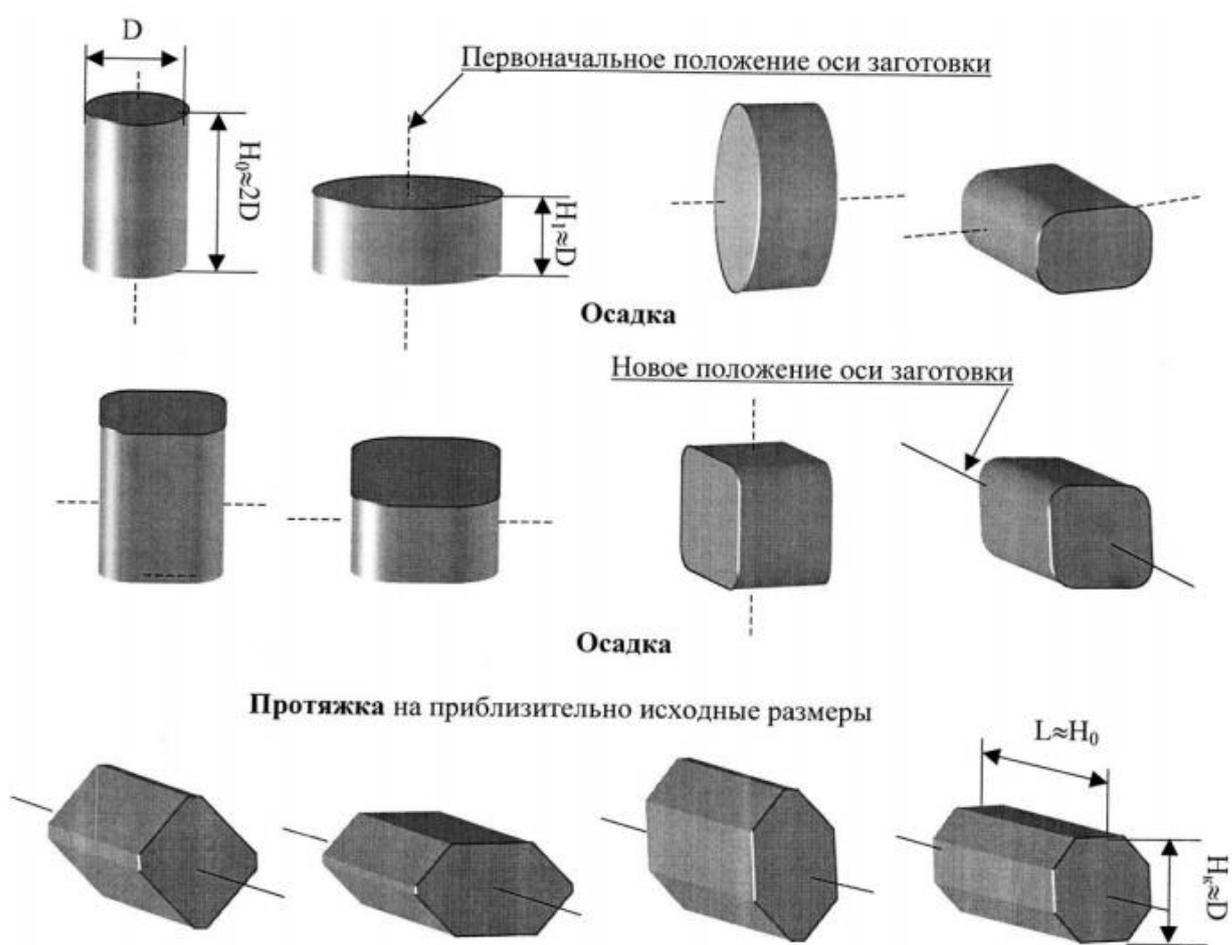


Рисунок 1.10 – Схема всесторонней изотермическойковки

Среди всех методов ИПД нет тех, что можно было бы считать универсальными, так как каждый из них лучше всего применим для определённых задач. Это в первую очередь касается определенной структуры, которую необходимо получить. Простота получения УМЗ состоянием вышеперечисленными методами основана на отсутствии специальной термообработки (кроме гомогенизации) перед процессом ИПД. Также деформацию можно проводить при комнатных температурах благодаря высокой пластичности исходного материала, что является благоприятным условием для получения УМЗ и наноструктур.

1.2 Структура и свойства материалов в ультрамелкозернистом состоянии

1.2.1. Формирование структуры в титановых сплавах

В процессе ИПДК кристаллическая решетка титана искажается, также повышается плотность дислокаций по межзеренным границам. Значительные внутренние напряжения можно наблюдать на темнопольном изображении микроструктуры (рисунок 1.14 б). Для дифракционной картины УМЗ структуры с высокоугловыми границами зерен характерно наличие равномерных рефлексов на концентрически окружностях (рисунок 1.14 а).

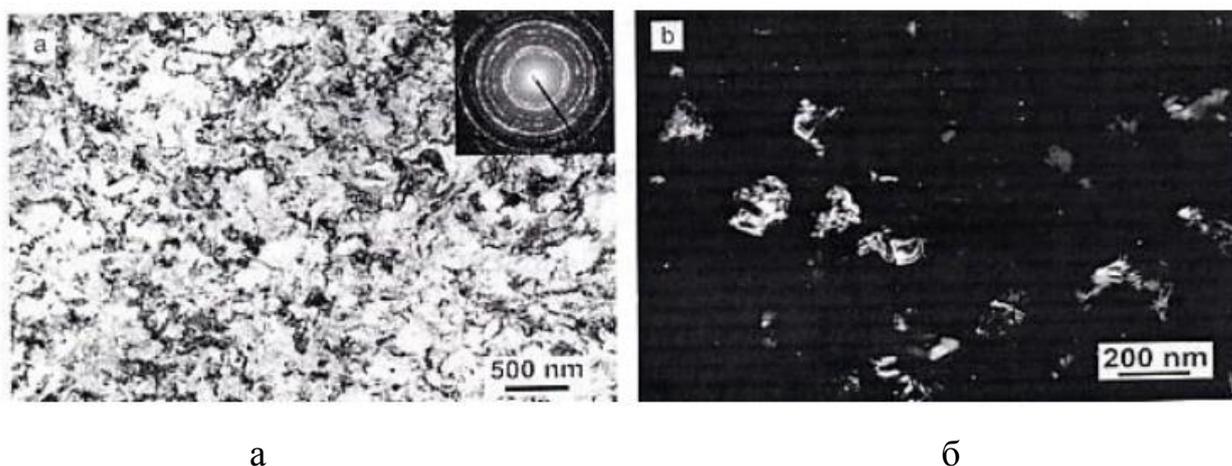


Рисунок 1.11 – Микроструктура CP Ti после ИПДК: а – светлопольное (с дифракционной картиной); б – темнопольное изображение

Получение УМЗ структуры титана возможно применением метода многоступенчатой свободнойковки. При деформации с поэтапным изменением температуры от 800 до 400 °С можно наблюдать различные механизмы преобразования структуры в начале и конце испытания [23].

«Также проведены исследования динамической рекристаллизации (ДР) титана методом горячей деформации в интервале α -области (650–850 °С). На начальной стадии обработки обнаружено преимущество процесса

множественного скольжения. На поздних стадиях, с развитием динамического возврата формируется субзеренная структура. Предположительно, новые зерна образуются миграцией участков исходных границ зерен и трансформацией субграниц в высокоугловые в результате взаимодействия с решеточными дислокациями. После того как новые зерна вырастают и наклепываются, процесс рекристаллизации повторяется. При деформации титана при температуре 450–550 °С имеет место интенсивное формирование субструктуры в теле зерен» [20].

На рисунке 1.12 представлена микроструктура титана VT1-00 на начальных этапах деформации ($\epsilon = 15\%$), где заметны широкие двойники и полосы с высокой плотностью дислокаций. На следующих этапах деформации образуются поперечные границы, разделяющие двойники и полосы на фрагменты. В дальнейшем образуются равноосные зерна с высокоугловыми разориентировками (рисунок 1.12 б).

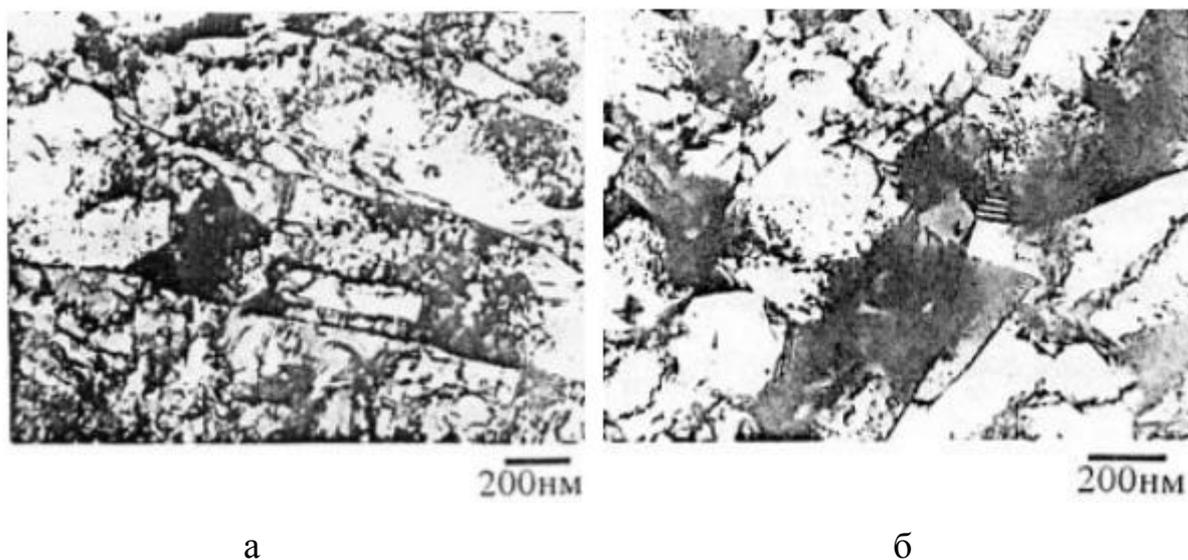
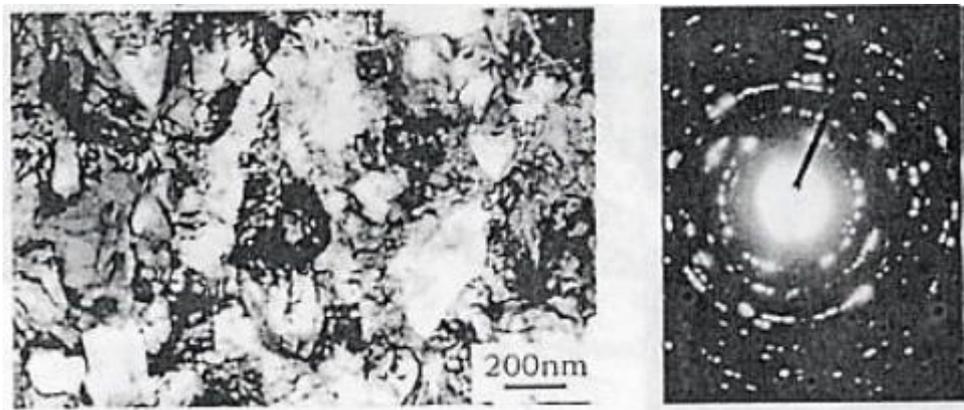


Рисунок 1.12 – Структура титана VT1-00 после деформации при 550 °С: а – на начальной стадии ($\epsilon = 15\%$); б – после свободнойковки ($\epsilon = 80\%$)

При обработке данным методом с поэтапным уменьшением температуры от 800 до 400 °С формируется УМЗ структура титана, размер зерна которого 200 нм (рисунок 1.13). По дифракционной картине с чёткими

рефлексами можно заключить о наличии большого количества высокоугловых границ. Из-за неравномерного распределения деформации при обработке получаемая УМЗ структура имеет рекристаллизованные и нерекристаллизованные области, то есть неоднородна.



а

б

Рисунок 1.13 – Структура титана ВТ1-00 после свободнойковки постепенным снижением температуры в интервале 800–400 °С: а – светлопольное изображение; б – дифракционная картина

При подборе метода ИПД для задания материалу необходимых характеристик важными являются: угол пересечения каналов оснастки при РКУП, количество циклов обработки, температура и другие.

Исследования деформации методом РКУП заготовок из титана показали, что при первом проходе деформация происходит двойникованием, а при втором проходе ведущим механизмом было дислокационное скольжение. Результаты этих исследований связывают с формированием текстуры при первом проходе и значениями фактора Шмидта для скольжения на последующих этапах обработки. Показано, что после первого этапа РКУП текстура оказывает влияние на процессы, протекающие при последующих этапах обработки, то есть обязательно подлежит учёту при анализе структуры во время РКУП.

«Были исследованы заготовки после 8 проходов РКУП при температуре 450–400 °С для выявления влияния маршрутов на структуру и

свойства титана. Установлено, что маршрут B_c наиболее эффективен для измельчения и получения равноосной УМЗ структуры в титане, в то время как при маршруте B_A и С зерна имели удлиненную форму (рисунок 1.18 б). В результате многопроходной обработки РКУП была получена структура с равноосными зернами размером около 260 нм (рисунок 1.18 а)» [21].

В целом, все полученные структуры характеризуются высокой плотностью дислокаций. На дифракционных картинах присутствуют множество рефлексов, распределенных по окружности, что свидетельствует о преобладании высокоугловых границ зерен. Отдельные рефлексы расщеплены, что может быть причиной наличия малоугловых границ зерен.

Обобщая представленные выше результаты, можно сказать, что в чистом титане возможность формирования УМЗ структуры методами ИПД показана многими исследованиями [1, 6, 12, 14, 20]. При этом особенности формирующейся УМЗ структуры в титане, такие как высокая плотность дислокаций, повышенные внутренние напряжения, высокоугловые разориентировки границ зерен, имеют общие черты с другими металлами.

Так как титан имеет ГПУ решетку, то измельчение структуры при ИПД имеет несколько особенностей, по сравнению с металлами, имеющими ОЦК и ГЦК решетки. Для Al, Cu, Fe, Ni изменение структуры при ИПД начинается с образования дислокационных ячеистых структур с малоугловыми границами. С увеличением степени накопленной пластической деформации уменьшается размер ячеек и происходит разворот границ. В результате ячеистая структура переходит в однородную мелкозернистую структуру с высокоугловыми границами.

«В ГПУ титана на ранних стадиях пластической деформации измельчение структуры происходит за счёт двойникования. Это объясняется как низкой энергией дефекта упаковки, так и низкой симметрией кристаллической решетки. В α -титане сначала скольжение распространяется вдоль оси $\langle 11-20 \rangle$ на $\{0001\}$ и $\{10-11\}$ плоскостях (a – скольжение) и вдоль $\langle 11-23 \rangle$ на $\{10-11\}$ и $\{11-2-2\}$ плоскостях (a+c скольжение). Именно

внебазисное а+с скольжение способствует деформации двойникованием. Очевидно, двойникование в зернах титана на начальных стадиях деформации является преимущественным, а при ИПД двойники играют важную роль в фрагментации структуры и формировании новых межзеренных границ» [21].

Величина зерна, полученного ИПД, зависит от схемы деформации, температуры и приложенной нагрузки. Таким образом, используя ИПДК можно получить зерна размером менее 100 нм. Методы РКУП и всестороннейковки позволяют получать материал, размер зерна которого от 200 нм.

Согласно экспериментам, механические свойства УМЗ титана после различных методов ИПД занесены в таблицу 1.1. Подтверждая соотношение Холла-Петча, прочность титана возрастает при измельчении его структуры. Таким образом, значительно уменьшив размер зерна, можно добиться прочности, соответствующей высоколегированным маркам титана. Также большое значение имеет повышение усталостной прочности УМЗ титана [6,12].

Данные механических свойств УМЗ титана, полученного разными способами ИПД

Состояние	$\sigma_{в}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_{-1} МПа
Исходное горячекатанное, размер зерна 15 мкм	460	380	26	240
ИПДК(5 ГПа), размер зерна 100 нм	950	790	14	–
РКУП, размер зерна 0,28 мкм	710	640	14	403
Всесторонняя ковка, размер зерна 0,15 мкм	710	635	14	–

В целях большего улучшения свойств, например прочности, используют комбинацию РКУП и обработки давлением (прокатка, экструзия, волочение). Если подвергать холодной прокатке титан с крупнозернистой структурой, то зерно будет измельчаться за счёт двойникования (рисунок 1.14). При больших степенях деформации образуются малоугловые границы зерен. Таким образом, возрастает прочность, но также существенно снижается пластичность.

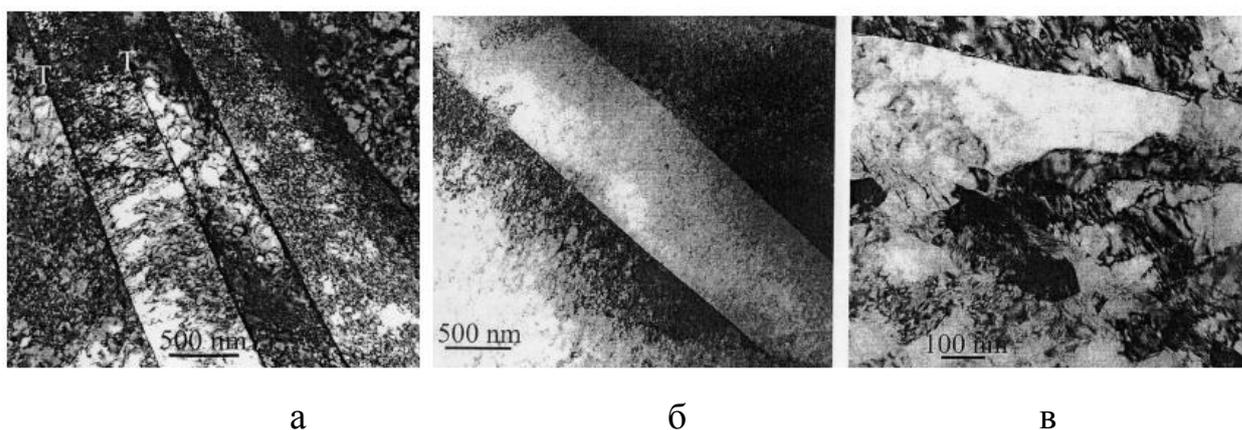


Рисунок 1.14 – Микроструктуры крупнозернистого титана после деформации прокаткой: а – 18 %, б – 45 %, в – 88 %

При холодной прокатке после РКУП зерно измельчается до 120нм. Однако при холодной деформации образуются зёрна, вытянутые вдоль направления деформации и содержащие большое количество дефектов. В образцах, полученных этим способом, ограничена пластичность (9%), а прочность в 2 раза превышает обычный титан.

Если увеличить скоростную чувствительность к напряжению или способность к деформационному упрочнению, то возрастёт пластичность материала. Повышение скорости деформационного упрочнения замедляет образования участков концентрированной деформации. Также в результате удлинение образцов при растяжении происходит более равномерно. Так как УМЗ структуры имеют большеугловую разориентацию зерен, они пластичны. Большую роль в это вносит механизм зернограничного проскальзывания во время деформации. Поэтому при определении режимов РКУП и последующих термомеханических обработок особенно важна структура материала.

Используя совмещённые методы ИПД, термическую и механическую обработку, получают полуфабрикаты Grade 2 и Grade 4 [6, 12]. Это прутки из технически чистого титана диаметром 6–8 мм и длиной до 1 м. Подобным способом получают наноструктурные титановые полуфабрикаты, прочность которых в 2,5 раза превышает прочность титана в отожженном состоянии. Также их усталостная прочность составляет 450 МПа, когда прочность отожженного прутка 240 МПа.

При условии, что после РКУП материал сохраняет необходимую пластичность, его можно подвергнуть термомеханической обработке. Данная операция приведёт к большему измельчению зерна и значительно увеличит плотность дислокаций.

По окончании обработки размер зерна полуфабриката Grade 2 достигает 70 нм, а Grade 4 – 150 нм (рисунок 1.15). В настоящее время эти прутки используются в медицине для производства имплантатов.

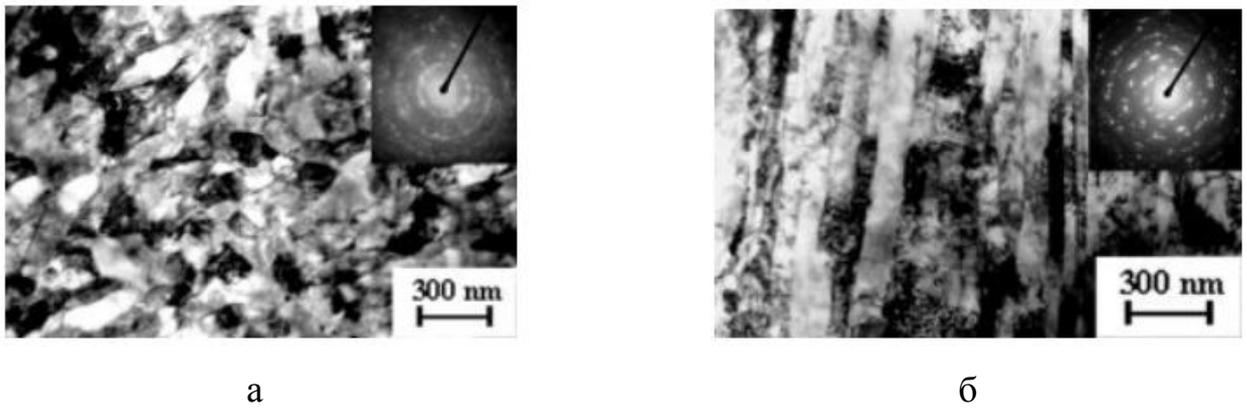


Рисунок 1.15 – Микроструктура CP-Ti Grade 2 после РКУП прохода и многопереходной ковки и последующего волочения: а – поперечное сечение; б – продольное сечение

Таким образом, размер зерна сократился с 25 мкм в состоянии поставки (рисунок 1.16 а) до 100-150 нм после технологии ИПД (рисунок 1.16 б и в). Заметно удлинение зерен в продольном сечении. Структура имеет высокоугловые границы зерен, что можно наблюдать по дифракционной картине (рисунок 1.16 в). Данная однородная структура возникает благодаря специально подобранным режимам РКУП и термической обработки.

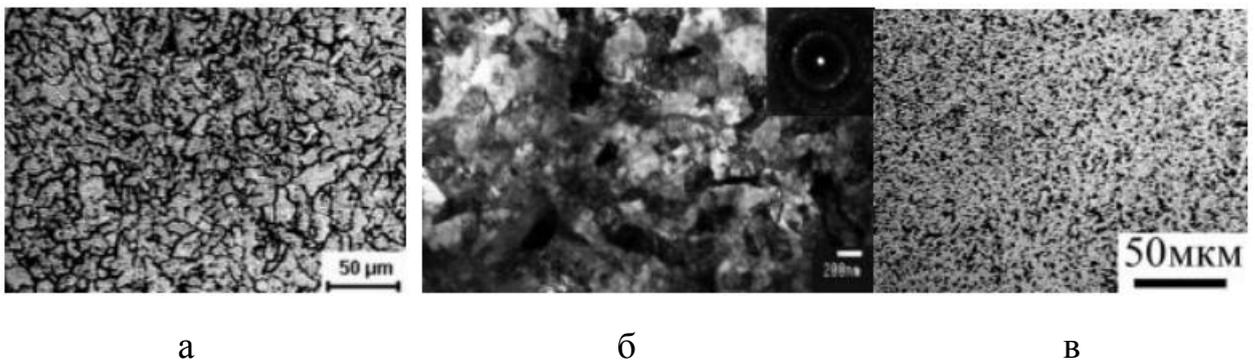


Рисунок 1.16 – Микроструктура титана Grade 4: а – крупнозернистого; б, в – после РКУП и ТМО.

Испытания образцов из наноструктурного титана приведены в таблице 1.2. Они были подвержены ИПД и термомеханической обработке, в результате чего зафиксировано увеличение прочности в полтора раза, при том что пластичность составляла около 11%.

«С целью снижения внутренних напряжений в прутке и дополнительного повышения пластичности без снижения прочности был использован отжиг УМЗ полуфабрикатов. При этом наилучшее сочетание прочности и пластичности наблюдается после отжига при температуре 350 °С» [20]. Также возрастает значение относительного и равномерного удлинения, что показывает меньшую склонность к локализации деформации.

Таблица 1.2

Механические свойства наноструктурного титана

№ п/п	Состояние	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	δ_p , %
1	Состояние поставки (КЗ) (сертификат)	700	530	25	–
2	УМЗ состояние (РКУП + ТМО)	1240	1200	12	1,6
3	УМЗ состояние (РКУП + ТМО + отжиг 350 °С, 6 ч)	1235	1085	13	5,1
4	Ti – 6 Al – 4 V ELI	940	840	16	–

Применение всестороннейковки при повышенных температурах позволило получить УМЗ структуру сплава ВТ6. Помимо этого необходимо наличие мартенситной или мелкоглобулярной исходной структуры, чтобы полученная УМЗ структура была однородной, при этом величина зерна составляла 0,4 мкм. Также большое влияние оказывают температура обработки, угол пересечения каналов и морфология исходной структуры.

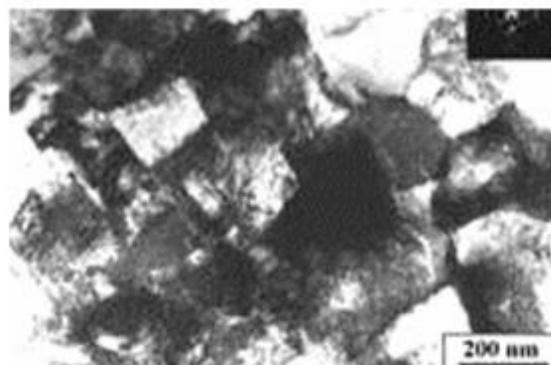
«В то же время с целью уменьшения размера зерна необходимо увеличение суммарной степени деформации. Это возможно благодаря увеличению угла пересечения каналов штамповой оснастки: $\varphi = 120^\circ$ ($e_i \sim 0,7$) и 135° ($e_i \sim 0,5$) по сравнению с обычно используемым углом $\varphi = 90^\circ$ ($e_i \sim 1$). Экспериментально доказано на сплаве ВТ6, что наиболее однородная микроструктура образуется при использовании оснастки с углом $\varphi = 120^\circ$.

Необходимая для процесса деформации пластичность материала достигается выбором температуры, которая составила 600-700 °С» [11].

«На процессы изменения структуры методом РКУП большое влияние оказывает и структура материала до начала обработки. Так, при глобулярной структуре и малых степенях деформации ($\epsilon = 0,7$) большая часть глобулей разбивается на тонкие фрагменты за счет двойникования, при этом длина двойников может достигать размера частицы α -фазы (рисунок 1.17 а). При последующих проходах РКУП ($\epsilon \geq 2$) дальнейшее измельчение глобулярных частиц α -фазы связано с развитием двойникования и накоплением дислокаций. При больших степенях деформации ($\epsilon \geq 6$) границы бывших двойников и субзерен трансформируются в большеугловые (рисунок 1.17 б). Это видно на электронограммах, где наблюдается увеличение и равномерное распределение рефлексов на концентрических окружностях, что типично для металлов с УМЗ структурой. Размер зерен/субзерен α -фазы в структуре после РКУП варьировался от 300 до 600 нм; на отдельных участках между субграницами наблюдали высокую плотность решеточных дислокаций, которая достигала 10^{14} м^{-2} » [11].



а



б



в

Рисунок 1.17 – Микроструктура сплава VT6 после 1 прохода РКУП (а); микроструктура сплава VT6 после 12 проходов РКУП (б); влияние степени деформации (при $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$, $j = 135^\circ$) на механические свойства заготовок из сплава VT6 (в)

Стоит отметить, что при формировании УМЗ структуры при РКУП в сплаве VT6 происходит изменение β -фазы. В состоянии поставки она располагается в виде связанных между собой прослоек. В процессе деформирования β -фаза локализуется, при этом её объёмная доля уменьшается почти в 1.5 раза. Также происходят изменения в кристаллической решетке β -фазы, что связывают с перераспределением между фазами примесей (в частности алюминия и ванадия).

Особенности структуры, такие как распределение фаз и их морфология оказывают значительное влияние на превращения, протекающие во время

измельчения структуры и последующих механических обработок. Особое влияние оказывают и процессы двойникования, полигонизации, возврата и другие.

1.2.2. Механические свойства титановых сплавов

При обработке методом ИПДК наибольшую прочность технически чистый титан и сплав ВТ6 имеют при размере зерна 80 нм. Однако значения пластичности малы, что приводит к чрезмерной хрупкости.

Согласно проведённым экспериментам, титановый сплав ВТ 6 с размером зерна около 0.4 мкм, получаемый как методом всестороннейковки, так и РКУП становится примерно на 30% прочнее. Однако упрочнение чистого титана после аналогичных обработок в 2 раза выше. Предположительно это связано с тем, что ИПД сплава ВТ6 проводится в условиях тёплой и горячей деформации [12].

С целью получить титан или его сплавы с высокой прочностью используют комбинирование РКУП с деформацией при низких температурах (прокатка, волочение, экструзия и др.). Например для сплава ВТ6 после РКУП заготовки подвергают тёплой прокатке, что позволяет получить субзернистую структуру с малоугловыми границами, где β -фаза существует в виде межзеренных прослоек. После обработки данный сплав имеет прочность до 1300МПа и относительное удлинение 9% [12].

Применение РКУП перед прокаткой позволяет достигать больших суммарных деформаций в материале относительно прокатки сплава с крупным зерном. Например, при температуре 450°C коэффициент вытяжки после РКУП равен 140%, по сравнению с коэффициентом при обработке без РКУП

«Экструзия заготовок из сплава ВТ6 после РКУП также приводит к дополнительному упрочнению. В частности, его прочность достигала 1510 МПа при относительном удлинении не менее 10 %. Полученные в данном

сплаве прочностные характеристики заметно превышают уровень механических свойств после упрочняющей термообработки, когда предел прочности достигает 1200 МПа при относительном удлинении 9 %.

Таким образом, последующие после РКУП деформационные обработки способствуют дополнительному измельчению микроструктуры, а также увеличению плотности дислокаций, которые упрочняют материал» [12].

Наряду с этим известно, что при обработке методами ИПД сплавы с УМЗ структурой теряют пластичность. В значительной степени на это влияет восприимчивость к локализации пластического течения, наблюдаемая в виде полос сдвига, с которых начинается разрушение.

«Из условия стабильности пластической деформации следует, что улучшение пластичности возможно за счет повышения скоростной чувствительности к напряжению течения и/или за счет увеличения способности к деформационному упрочнению. Повышение скорости деформационного упрочнения способствует сдерживанию ранней локализации деформации и приводит к увеличению равномерного удлинения при растяжении образцов. Для УМЗ титана одним из эффективных подходов повышения пластичности является формирование высокой фракции большеугловых границ (БУГ) в УМЗ структуре. БУГ способствуют вовлечению в деформацию механизма зернограничного проскальзывания и дают вклад в деформационное упрочнение в течение пластической деформации, которая ведет к повышению пластичности» [12].

После отжига УМЗ титана также увеличивается прочность за счёт образования сегрегаций примесей по границам зерен, которые затрудняют зарождение дислокаций.

Исходя из этого, можно заключить, что ультрамелкозернистая микроструктура титанового сплава обладает высокими механическими характеристиками при условии, что температура близка к комнатной. Однако в настоящее время проведено недостаточно работ по их эксплуатационным характеристикам в условиях повышенных температур. Хотя некоторые

сплавы, такие как Ti-6Al-4V, активно применяются в авиастроении и двигателях, работая при высоких температурах.

1.3 Ротационная ковка как метод получения ультрамелкозернистого состояния материалов

Ротационная ковка – это метод для точного деформирования прутков. Он характеризуется тем, что окончательный контур деформированных деталей требует минимальную дальнейшую обработку резанием. При ротационной ковке инструменты деформирования (рисунок 1.18), расположенные вокруг изделия, осциллируют с высокой частотой (1 500 – 10 000 ударов в минуту) и маленьким ходом (0,2 – 5 мм) [8, 14]. Инструменты деформирования состоят из четырёх (реже двух или восьми) сегментов, обычно действующих одновременно. Для предотвращения течения материала в зазоры между сегментами необходимо вращение инструмента относительно изделия (рисунок 1.2) или изделия относительно инструмента. Для изготовления несимметричных деталей относительного вращения не требуется.

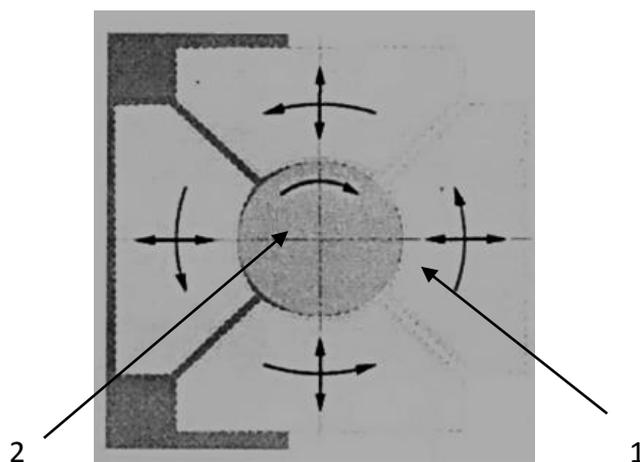


Рисунок 1.18 – Схема ротационнойковки: 1 – инструменты деформирования;
2 – изделие

Одна из особенностей ротационнойковки в том, что материал деформируется постепенно, с большим количеством шагов. Такой метод, называемый инкрементальным, имеет преимущество над непрерывным из-за более однородного влияния на материал и минимального трения, благодаря кратковременному контакту с заготовкой.

Данная технология позволяет работать со сложными материалами, например со сталью легированной вольфрамом (победит), тугоплавкими материалами, хрупкими и малопластичными металлами. Разнообразен и размер обрабатываемых деталей от 0,12мм до 320 мм в диаметре и выше. Технология отличается также точностью получаемых изделий и чистота поверхности.

Выводы по разделу

Существует много методов интенсивной пластической деформации, среди которых нет уникального, то есть каждый метод может быть использован при подходящих условиях.

Ультрамелкозернистая микроструктура титанового сплава обладает высокими механическими характеристиками при комнатной температуре, но исследований при повышенных температурах на данный момент недостаточно.

Метод ротационнойковки подходит для обработки титановых сплавов, при этом изделия могут быть в широком диапазоне размеров. Также технология позволяет получать образцы требуемого размера и не требует их последующей механической обработки.

2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Исследуемый материал и выбор режимов обработки

Для исследования влияния ротационной ковки на структуру и свойства металлических материалов использовали титановый сплав ВТ8М-1 (таблица 2.1) (ВСМПО-АВИСМА, Верхняя Салда). В качестве образца использован пруток диаметром 70 мм и длиной 1000 мм, имеющий после термообработки глобулярно-пластинчатую структуру. Образцы были нагреты до 940 °С, проведена закалка в воде, затем отжиг в течение часа при 700 °С и охлаждение на воздухе. УМЗ состояние было получено путем последующей ротационной ковки (РК) при температуре 750 °С, $\epsilon \approx 1,7$, $V_{\text{деф.}}$ выше 300 мм с⁻¹ *) [9].

Таблица 2.1

Химический состав титанового сплава ВТ8М-1 (в % по массе)

Al	Mo	Zr	Sn	Fe	Ti
5,7	3,8	1,2	1,3	0,1	Основа

2.2 Методика исследования структуры сплава ВТ8М-1

Исследование тонкой структуры сплава проводили **) с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и растровой сканирующей электронной микроскопии (РЭМ). Микрофотографии ПЭМ были получены с использованием микроскопа JEOL JEM–2100, работающего под ускоряющим напряжением 200 кВ.

*) УМЗ сплава ВТ8М-1 было получено в УГАТУ (г. Уфа).

**) Тонкую структуру сплава исследовали в УГАТУ (г. Уфа).

2.3 Методика испытания образцов на твердость и растяжение при комнатной температуре и в среде жидкого азота

Твердость сплава испытывали на твердомере ТН 300 согласно ГОСТ 9013-59 [7]. Испытания на статическое растяжение цилиндрических образцов (рисунок 2.2) с диаметром рабочей части $d_0 = 5$ мм и рабочей длиной $l_0 = 5d_0$ (тип IV по ГОСТ 1497-84 [4]) проводили на универсальной испытательной машине Н50КТ (рисунок 2.3) со скоростью 5 мм/мин. Испытания проводили при комнатной температуре (20 °С) по ГОСТ 1497-84 [4] и в среде жидкого азота (-196 °С) по ГОСТ 22706-77 [5].



Рисунок 2.1 – Твердомер ТН 300



Рисунок 2.2 – Образец из сплава ВТ8М-1 для испытаний на растяжение

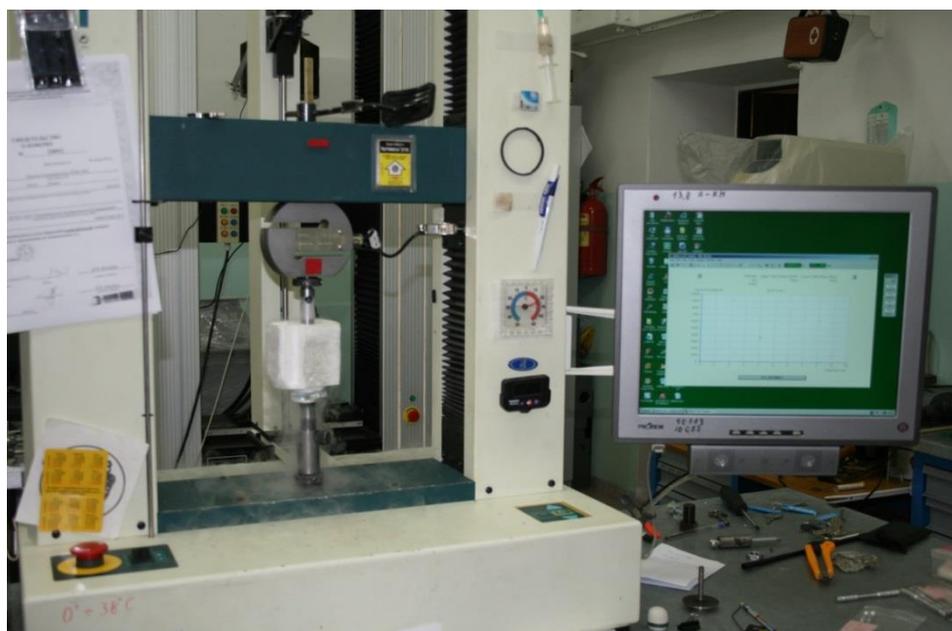


Рисунок 2.3 – Универсальная испытательная машина Н50КТ с дьюаром для испытания образцов на растяжение

Испытания в жидком азоте проводили в специально разработанном дьюаре из пенопласта (рисунок 2.3). Дьюар закрепляли на захвате неподвижного (нижнего) траверса испытательной машины с помощью хомута, затем устанавливали образец последовательно в захваты нижнего и подвижного (верхнего) траверсов (рисунок 2.3) и заполняли дьюар жидким азотом. Испытание на растяжение начинали проводить через 5 мин после прекращения бурного кипения жидкого азота. Определяли предел прочности при растяжении σ_b , предел текучести при растяжении $\sigma_{0,2}$ и относительное удлинение после разрыва δ .

2.4 Методика испытания образцов на статическую трещиностойкость при температуре жидкого азота

Испытание сплава на статическую трещиностойкость (K_{1C}) проводили на призматических образцах толщиной 10 мм по схеме трехточечного изгиба (рисунок 2.4), согласно ГОСТ 25.506-85 [6], в среде жидкого азота с помощью специально разработанных дюаров. По ГОСТ 25.506-85 [6] перед испытанием в устье трещины выращивали усталостную трещину длиной до 3 мм. Выращивание усталостной трещины проводили на установке Instron 8802.

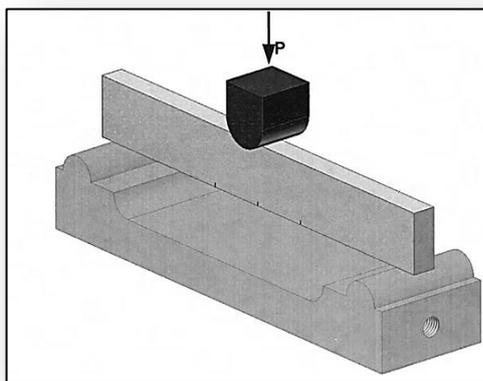


Рисунок 2.4 – Схема трехточечного изгиба

Расчетную величину коэффициента интенсивности напряжений (текущее значение статической трещиностойкости) K_Q сплава определяли согласно ГОСТ 25.506-85 [6] по формуле:

$$K_Q = \frac{P_Q L}{t \sqrt{b^3}} \cdot Y_4, \quad (2.1)$$

где P_Q – расчетная нагрузка на образец;

L – расстояние между опорами;

t – толщина образца;

b – ширина образца (расстояние от края образца до оси отверстий);

Y_4 – полином:

$$Y_4 = 3,494 \left[1 - 3,398 \frac{l}{b} + 5,839 \left(\frac{l}{b} \right)^2 \right]. \quad (2.2)$$

Реализация условия плоской деформации (ПД) при разрушении образцов оценивалась по критериям механики разрушения [6]:

$$\begin{aligned} t / (K_Q / \sigma_{0,2})^2 &\geq 2,5, \\ \varphi_C &\leq 1,5 \%, \\ P_C / P_Q &\leq 1,1, \end{aligned} \quad (2.3)$$

где φ_C – относительное сужение (утяжка) образца в зоне разрушения;

P_C – максимальная нагрузка, действующая на образец.

Если данные критерии соблюдались, то считали, что $K_Q = K_{1C}$, где K_{1C} – критический коэффициент интенсивности напряжений.

2.5 Макрофрактографические и микрофрактографические исследования

Макрофрактографические исследования статических, ударных и усталостных изломов проводили визуально. Микрофрактографические исследования всех изломов проводили в РЭМ SIGMA фирмы «ZEISS» (рисунок 2.5).



Рисунок 2.5 – Растровый электронный микроскоп SIGMA фирмы «ZEISS»

Выводы по разделу

На данном этапе исследования были выбраны методики определения характеристик образцов, освоены принципы работы с экспериментальными установками и исследовательским оборудованием.

Выбранный режим термической обработки позволяет получить глобулярно-пластинчатую структуру с меньшей толщиной ламелей, улучшить механические характеристики материала, в том числе придать достаточную пластичность для эффективной дальнейшей обработки ротационной ковкой. Режим ротационнойковки предполагает получение полностью глобулярной структуры.

3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

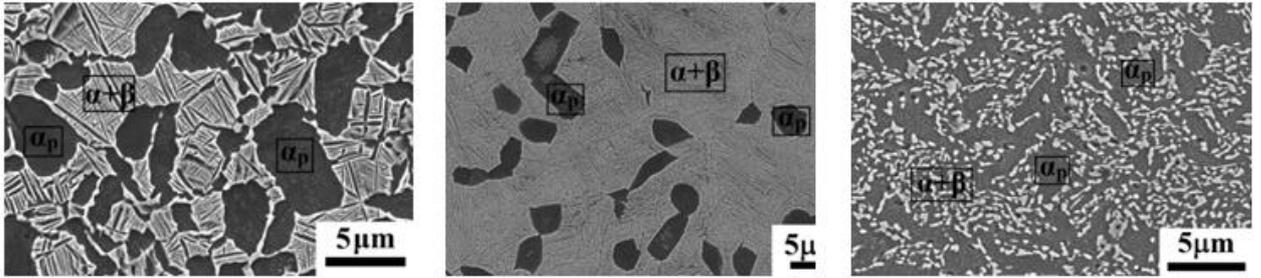
3.1 Структура и механические свойства сплава ВТ8М-1 после ротационнойковки

В исходном состоянии титановый сплав ВТ8М-1 (рис. 3.1 а) имеет смешанную глобулярно-пластинчатую структуру. Средний размер первичной α -фазы составляет 5 мкм, а толщина α ламелей – 0,2 мкм.

Для обеспечения условий пластической деформации труднодеформируемых титановых сплавов была проведена предварительная термическая обработка с целью формирования дуплексной микроструктуры. После завершения термообработки (рисунок 3.1 б) образовалась глобулярно-пластинчатая структура, представляющая собой ламели α -фазы, толщиной 0,12 мкм, с β -фазными пластинами и глобулы α -фазы размером 2,7 мкм, занимающие 25% объёма.

При последующей ротационной ковке структура почти полностью становится глобулярной, причём глобулы первичной α -фазы имеют размер около 3 мкм (рисунок 3.1 в).

При исследовании тонкой структуры сплава ВТ8М-1 (рисунок 3.2) обнаружено неоднородное развитие деформации. После ротационнойковки размер субзерен равнялся 0,2 – 0,3 мкм (рисунок 3,2 а), а глобулы α -фазы фрагментированы субзеренными границами (рисунок 3,2 б).

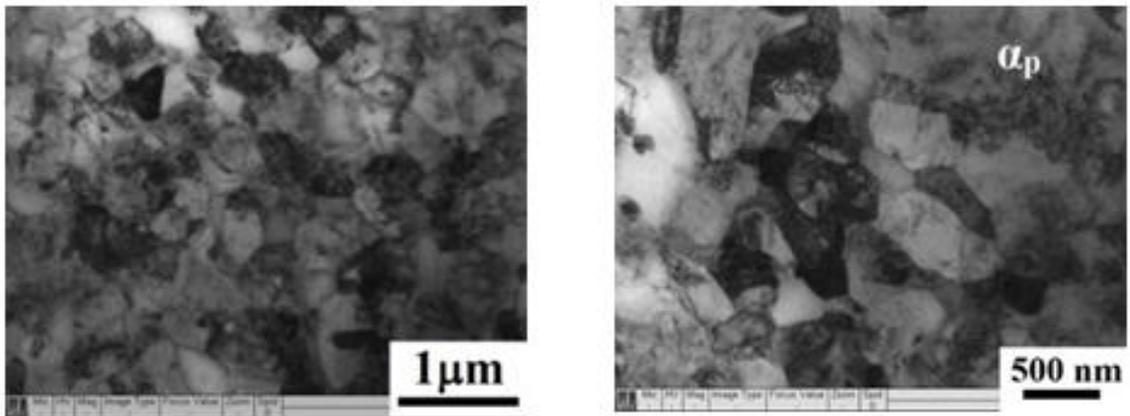


а

б

в

Рисунок 3.1 – Микроструктура сплава VT8M-1 в исходном состоянии (а), после ТО (б) и после ротационнойковки (РК) (в) (РЭМ)



а

б

Рисунок 3.2 – Тонкая структура сплава VT8M-1 после РК (ПЭМ)

3.2 Механические свойства сплава ВТ8М-1 при растяжении

По полученным данным, внесённым в таблицу 3.1, видно, что в результате проведения термической обработки и ротационнойковки по выбранным режимам при комнатной температуре твердость материала образца увеличилась в 1,1 раза, прочность при растяжении в 1,2 раза, но пластичность уменьшилась в 1,4 раза. В испытаниях при температуре жидкого азота (-196 °С) прочность дополнительно возросла при незначительном снижении пластичности.

Таблица 3.1

Размер зерна и механические свойства сплава ВТ8М-1 при температурах 20 и -196 °С

Материал	Состояние	T, °С	d _{ср.} , мкм	НВ	σ _в , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
ВК8М-1	Исходное (КЗ состояние)	20	5	331	1017±20	949±25	15,7±0,4
		-196	-	-	1613±10	1505±20	13,5±1,7
	После РК (УМЗ состояние)	20	0,2-0,3	352	1216±10	1137±15	11,0±2,0
		-196	-	-	1802±5	1685±10	10,1±0,8

3.3 Статическая трещиностойкость и механизм разрушения ультрамелкозернистого титанового сплава ВК8М-1 после ротационнойковки

По данным, полученным при испытании образцов из ВТ8М-1 на трёхточечный изгиб (таблица 3.2) видно, что статическая трещиностойкость сплава после ротационнойковки в 1,4 раза ниже по сравнению с исходным состоянием. Согласно ГОСТ 25.506-85 [6], все образцы разрушились в

условиях плоской деформации (ПД), что видно по ровной, однородной поверхности и незначительным губам среза (рисунок 3.31 а, г).

Таблица 3.2

Статическая трещиностойкость (K_{1C}) сплава ВК8М-1 в различном состоянии и критерии реализации условий ПД по ГОСТ 25.506-85

Состояние	K_{1C} , МПа $\sqrt{м}$	$t/(K_{1C}/\sigma_{0,2})^2$	P_{max}/P_Q	φ_c , %
Исходное (КЗ) состояние	48±0,66	9,8	1,0	0,5
После РК (УМЗ)	34±0,68	24,6	1,0	0,0

Из микрофрактографического анализа можно заключить, что, независимо от состояния сплава, страгивание статической трещины (рисунок 3.3 б, д) не сопровождалось формированием вязкой зоны сдвига θ . Микрорельеф статических изломов титанового сплава ВК8М-1, как в исходном, так и в УМЗ состоянии состоит из хаотично расположенных сравнительно гладких гребней, причем микрорельеф УМЗ сплава более мелкий (рисунок 3.3 в, е). Аналогичный микрорельеф наблюдался при статическом разрушении титанового сплава ВТ6 [13] и ударном разрушении титана Grade 4 [13, 10].

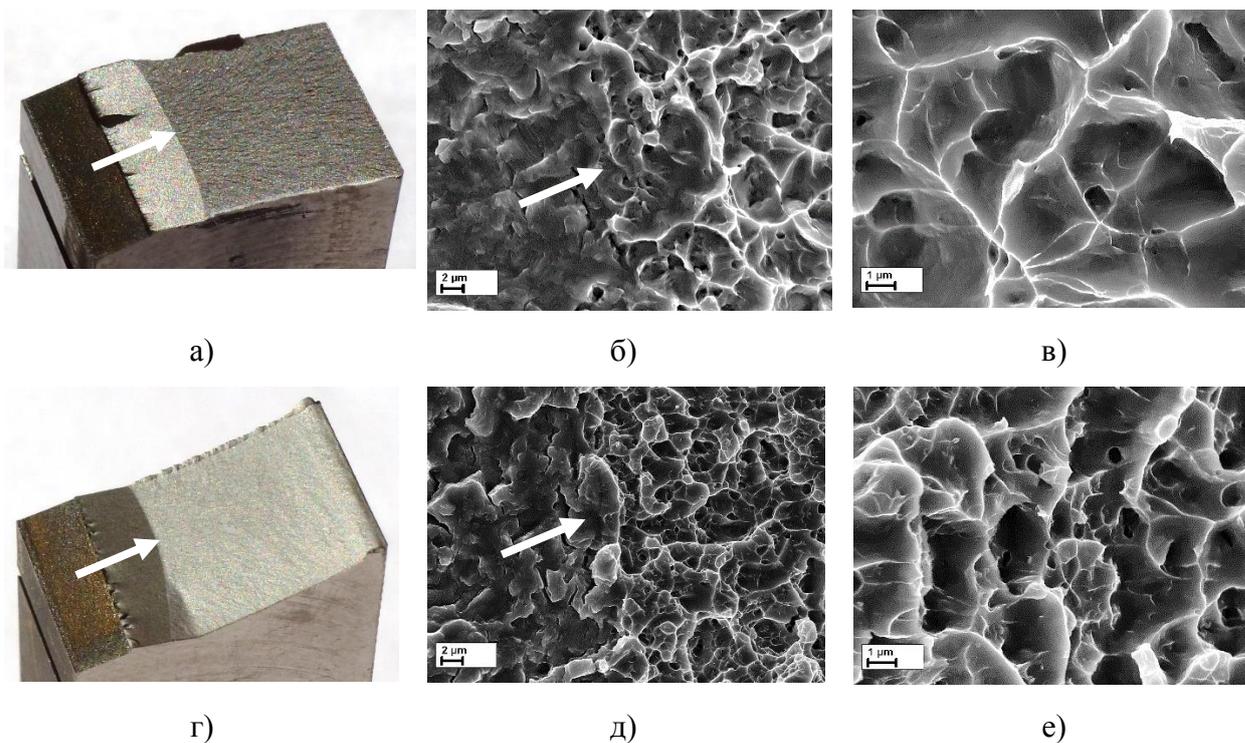


Рисунок 3.3 – Общий вид изломов образцов из VT8M-1 в исходном КЗ состоянии (а) и в УМЗ состоянии, полученном путем РК (г), а также соответствующий микрорельеф в области страгивания статической трещины (б, д) и в области статического разрушения (в, е). Стрелками показана область страгивания статической трещины. б, д – х3000; в, е – х8000 (РЭМ)

Выводы по разделу

В результате проведения термической обработки и ротационнойковки по выбранным режимам при комнатной температуре твердость материала образца увеличилась в 1,1 раза, прочность при растяжении в 1,2 раза, но пластичность уменьшилась в 1,4 раза. В испытаниях при температуре жидкого азота (-196 °С) прочность дополнительно возросла при незначительном снижении пластичности.

При испытаниях образцов из сплава ВТ8М-1 на статическую трещиностойкость было определено, что K_{1C} УМЗ сплава ВК8М-1 в 1,4 раза ниже по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием.

Как в исходном КЗ состоянии, так и в УМЗ состоянии (после РК), согласно критерию $t/(K_{1C}/\sigma_{0,2})^2 \geq 2,5$, разрушение образцов произошло в условиях ПД. Таким образом, полученные значения статической трещиностойкости сплава – есть K_{1C} .

Микрорельеф статических изломов сплава ВК8М-1 как в КЗ, так и в УМЗ состоянии состоит из хаотично расположенных сравнительно гладких гребней.

Заключение

1. Показано, что сплав ВТ8М-1 после ротационнойковки с выбранными параметрами формирует глобулярную структуру со средним размером субзерен α -фазы от 200 до 300 нм. По сравнению с материалом в состоянии поставки, твердость сплава после обработки выше в 1,1 раза, прочностные свойства при растяжении – в 1,2 раза, а пластичность ниже в 1,4 раза. Понижение температуры испытания до $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ дополнительно повышает прочностные и незначительно снижает пластические свойства сплава в УМЗ состоянии.

2. Результаты испытания образцов из сплава ВТ8М-1 на статическую трещиностойкость показали, что значение K_{1C} УМЗ сплава, полученного путем ротационнойковки, в 1,4 раза ниже по сравнению с исходным КЗ состоянием.

3. Микрорельеф статических изломов сплава как в КЗ, так и в УМЗ состоянии состоит из хаотично расположенных сравнительно гладких гребней.

Список используемых источников

1. Валиев Р. З., Александров И. В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с.
2. Валиев Р. З., Гундеров Д. В., Мурашкин М. Ю., Семенова И. П. Объемные наноструктурные металлы и сплавы с уникальными механическими свойствами для перспективных применений. Уфа, РИК УГАТУ, 2006. Т 7 № 3. С. 23–24.
3. Валиев Р. Р., Модина Ю. М., Поляков А. В., Семенова И. П., Жернаков В. С. Усталостная прочность и особенности разрушения ультрамелкозернистого титанового сплава ВТ6 // РИК УГАТУ. 2016. Т 20 № 2. С. 11–16.
4. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. – Взамен ГОСТ 1497-73; введ. 1986–01–01. – Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М. : Изд-во стандартов. – 22 с.
5. ГОСТ 22706-77. Металлы. Метод испытания на растяжение при температурах от минус 100 до минус 269 °С. – Введ. 1979–01–01. – Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М., 1979: Изд-во стандартов.
6. ГОСТ 25.506-85. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении. – М.: Издательство стандартов, 1985.- 62 с.
7. ГОСТ 9013-59. Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу. – Введ. 1960–01–01. – Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации; М. : Изд-во стандартов.
8. Клевцов Г. В., Бобрук Е.В., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Валиев Р.З. Прочность и механизмы разрушения объемных наноструктурированных металлических материалов. Уфа, РИК УГАТУ, 2016. С. 240.

9. Клевцов Г. В., Валиев Р. З., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Мерсон Е.Д., Линдеров М. Л., Пигалева И. Н. Прочность и механизм статического разрушения титанового сплава ВТ8М-1 с ультрамелкозернистой структурой, полученной путем ротационнойковки. УО ВГТУ, 2019. С. 47-49.

10. Клевцов Г. В., Ганеев А. В., Семенова И. П., Валиев Р. З. Особенности ударного разрушения ультрамелкозернистых материалов, полученных при интенсивной пластической деформации // СПбГПУ. 2013. Т 4 № 1. С. 182–189.

11. Салитова Л. Р., Семенова И. П., Александров И. В. Исследования однородности структуры заготовок из сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию. Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер.: Физ.-мат. науки, 2004. № 27. С. 164-169.

12. Семенова И. П. Формирование ультрамелкозернистых структур и повышенных механических свойств в малолегированных титановых сплавах комбинированными методами интенсивной пластической деформации: дис. д-ра техн. наук. Челябинск: ЮуРГУ, 2011. 269 с.

13. Смирнов И. В. Конструкционные прочностные параметры и разрушение ультрамелкозернистого титана Grade 4, полученного методом равноканального углового прессования РКУП-К // Журнал технической физики. 2019. Т 89 №4. С. 541–549.

14. ASM Handbook, Volume 14A: Metalworking: Bulk Forming S.L. Semiatin, editor, 2005 ASM International® p179-182, DOI: 10.1361/asmhba0003990.

15. Lapovok R., Qi Y., Ng H. P., Maier V., Estrin Y. Multicomponent materials from machining chips compacted by equal-channel angular pressing // Journal of Materials Science. 2014. V. 49, №3. P. 1193–1204.

16. Orlov D., Lapovok R., Toth L. S., Timokhina I. B., Hodgson P. D., Arunansu Haldar, Bhattacharjee D. Asymmetric rolling of interstitial-free steel using differential roll diameters. Part II: Microstructure and annealing effects // Metallurgical and Materials Transactions. 2014. V. 45. № 1. P. 447–454.

17. Raab G. I. Plastic flow at equal channel angular processing in parallel channels // *Materials Science and Engineering*. 2005. V. 410–411. P. 230–233.

18. 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* 2004. V. 382. P. 30–34.

19. Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N., Sakai T. Novel ultra-high straining process for bulk materials – development of the accumulative roll-bonding (ARB) process // *Acta Materialia*. 1999. № 47. P. 579.

20. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Progress in Materials Science*. 2000. V. 45. P. 103–189.

21. Valiev R. Z., Langdon T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // *Progress in Materials Science*. 2006. V. 51. P. 881–981.

22. Vorhauer A., Pippan R. On the homogeneity of deformation by high pressure torsion // *Scripta Materialia*. 2004. № 51. P. 921–925.

23. Zharebtsov S. V., Salishchev G. A., Galejev R. M., Valiakhmetov O. R., Mironov S. Yu., Semiatin S. L. Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti–6Al–4V billet by warm severe deformation processing // *Scripta Materialia*. 2004. V. 51. P. 1147–1151.