

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)

22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

(код и наименование направления подготовки)

Инжиниринг перспективных материалов и  
диагностика поведения материалов в изделиях

(направленность (профиль))

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

на тему «МЕХАНИЗМЫ УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ  
МАТЕРИАЛОВ С УМЗ СТРУКТУРОЙ»

Студент

С. В. Засыпкин

(И.О. Фамилия)

\_\_\_\_\_ (личная подпись)

Научный  
руководитель

Г. В. Клевцов

(И.О. Фамилия)

\_\_\_\_\_ (личная подпись)

Консультанты

Т. А. Варенцова

(И.О. Фамилия)

\_\_\_\_\_ (личная подпись)

Руководитель программы

д.ф.-м.н., профессор Г.В. Клевцов

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

\_\_\_\_\_ (личная подпись)

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2019 г.

Допустить к защите

И.о. заведующего кафедрой д.ф.-м.н., профессор Г.В. Клевцов

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

\_\_\_\_\_ (личная подпись)

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2019 г.

Тольятти 2019

## Содержание

Введение.....	3
1. Аналитический обзор .....	7
1.1 Схема формирования УМЗ структуры в металлических материалах .....	7
1.2 Структура и свойства УМЗ материалов .....	23
1.3 Кинетика и механизмы усталостного разрушения материалов... ..	32
1.4 Влияние УМЗ состояния на усталостную прочность металлических материалов.....	37
2. Материалы и методы проведения экспериментальных исследований ...	44
2.1 Исследуемые материалы .....	44
2.2 Исследование микроструктуры образцов .....	46
2.3 Испытания на твердость.....	49
2.4 Статическое растяжение .....	50
2.5 Усталостные испытания.....	52
2.6 Исследование изломов .....	54
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	55
Сталь 45 .....	55
Сталь 09Г2С .....	59
ВТ6 .....	62
Список используемых источников.....	65

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для повышения свойств материала или для получения свойств не характерных для материала в обычном состоянии его подвергают интенсивной пластической деформации. В результате этой обработки, за счёт больших степеней деформации, формируется сильно фрагментированная и разориентированная структура. При этом, сам материал остаётся преимущественно беспористым и приобретает размер зерна около 100 нм.

Данный тип обработок является весьма интересным с технологической точки зрения: материалы, с заурядными в исходном состоянии свойствами, прошедшие какую-либо обработку интенсивной пластической деформацией, способны приобретать повышенные прочностные, физико-химические и механические характеристики. Например, использование таких материалов при производстве металлоконструкций позволит снизить вес изделия за счёт повышения прочности её составных элементов.

Существует множество методов интенсивной пластической деформации: кручение под квазигидростатическим (или под высоким) давлением (КГД (или КВД)), равноканальное угловое прессование (РКУП), динамическое канально-угловое прессование (ДКУП), всестороннюю изотермическую ковку (ВИК), винтовая экструзия, ротационной ковки (РК), мультиосевой деформации (МД). Из всего вышеперечисленного наиболее применяемым и распространённым является метод равноканального углового прессования, данный метод позволяет получать однородную равновесную УМЗ структуру с высокими углами разориентации границ зёрен. Размеры получаемых РКУП заготовок могут достигать 60 мм в диаметре и длиной до 200 мм даже для труднодеформируемых материалов, таких как титан.

Данный фактор обуславливает интерес к разработке перспективных режимов РКУП для различных материалов. В данной работе исследуется влияние различных режимов РКУП, разработанных и осуществлённых в УГАТУ, на такие материалы, как ВТ6, сталь 45, сталь 09Г2С.

Целью данного исследования являлось определение влияния УМЗ структуры, полученной РКУП, на кинетику и механизмы усталостного разрушения сплавов ВТ6, сталь 45, сталь 09Г2С.

Задачи исследования:

1 Изучение влияния режимов РКУП на усталостные свойства материалов;

2 Проведение усталостных испытаний материалов в исходном состоянии и после РКУП;

3 Проведение анализа усталостных испытаний и исследование кинетики и механизмов разрушения образца;

4 Изучение влияния определённого режима РКУП на кинетику и механизмы разрушения.

Объект исследования

КЗ и УМЗ материалы различными типами кристаллической решётки (сталь 09Г2С, углеродистую сталь 45 ОЦК решетка, титановый сплав ВТ6 ГПУ решетка).

Предмет исследования

Кинетика и механизмы усталостного разрушения материалов разного типа.

В основе диссертации лежит анализ работ, подробно описывающих различные методы ИПД и их влияние на структуру и свойства материалов.

#### Актуальность работы

Востребованность какого-либо конструкционного материала (КМ) обуславливается наличием у него комплекса прочностных и эксплуатационных свойств: предел прочности, предел текучести, «определённое соотношение между прочностью и пластичностью, вязкость разрушения и др., которые характеризуют так называемую конструкционную прочность» [66]. Интенсивная пластическая деформация (ИПД) является одним из способов, который позволяет получать совокупность необходимых эксплуатационных свойств в металлических конструкционных материалах.

Одной из важнейших характеристик конструкционных материалов является предел усталости. Данная величина характеризует долговечность деталей и элементов конструкций, которые работают в условиях циклического нагружения. Влияние УМЗ структуры на предел усталости неоднозначно, в некоторых работах авторы указывают на повышение предела усталости, а для каких-то материалов, обработка РКУП привела к снижению усталостных характеристик по сравнению с стандартно обработанными сплавами.

Свойства УМЗ материалов как правило можно регулировать двумя факторами: режим ИПД, и режим последующей термообработки. Соответственно, регулируя эти два параметра можно получить оптимальную совокупность необходимых свойств в различных материалах.

Важнейшими задачами в вышеперечисленных сферах являются снижение веса и уменьшение габаритов изделий в конструкциях. Значительное повышение механических свойств материала, путём

равноканального углового прессования (РКУП), позволят конструкторам выполнить эти задачи.

Известно, что после РКУП значительно повышается твёрдость, предел прочности и предел текучести материала, однако снижается пластичность. В связи с этим, некоторые эксплуатационные свойства, такие как сопротивление усталости, как правило, снижаются. Из-за этого область применения УМЗ и наноструктурированных материалов сужается. Анализ результатов исследования кинетики и механизмов усталостного разрушения УМЗ материалов позволит разрабатывать оптимальные маршруты РКУП, направленные на повышение комплекса свойств материала, в том числе и пластичность.

# 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР

## 1.1. Схема формирования УМЗ структуры в металлических материалах

В настоящее время существует множество способов получения УМЗ структуры в металлических материалах.

### Кручение под высоким давлением (КВД)

Данный метод впервые был использован для обработки металлов и их сплавов Перси Уильямсом Бриджменом в 1935 году. [1]. Позднее, в 1970-1990-е годы данный метод вновь приобрёл популярность, за счёт работ советских учёных, которые с помощью него получали наноструктурное состояние металлических и керамических материалов. Технология данного метода позволяет обрабатывать диск толщиной не более 1 миллиметра и с радиусом до 15 миллиметров. В процессе обработки диск подвергается давлению в десятки тысяч бар, в результате чего реализуется деформации кручения, осадки и радиальной экструзии. Давление, создаваемое байками, воздействует на образец двояко. Оно образует в центре диска область квазигидростатического сжатия, которая, в свою очередь, не даёт образцу разрушиться. А так же оно многократно увеличивает силу трения между байками и диском, за счёт чего, при повороте байков объёму диска передаётся крутящий момент с поверхности, и происходит его деформация кручением. [2] Принципиальная схема данного метода представлена ниже.

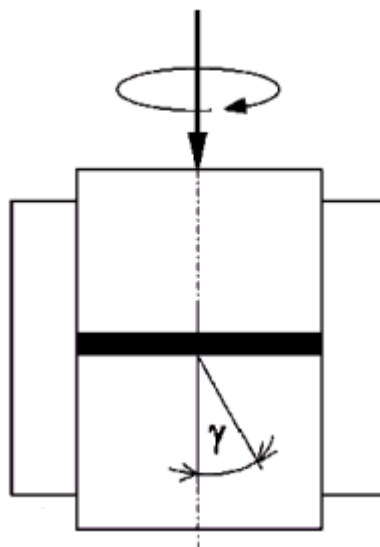


Рисунок 1 – Схема Кручение под квазигидростатическим давлением.

Однако, при этом в образце наблюдается неоднородность по радиусу, которая устраняется при повышении количества оборотов [3].

Рассчитывают степень деформации при (КГД) с помощью формулы расчёта сдвиговой деформации ( $\gamma$ ):

$$\gamma = 2\pi \times R \times \frac{N}{h}, \quad (1)$$

Где  $R$  – расстояние от точки до оси кручения образца;  $h$  – высота диска;  $N$  – количество оборотов оснастки. Посчитанная степень деформации ( $\gamma$ ) может быть сопоставлена с прочими методами путём перерасчёта её значения в эквивалентную деформацию [18] ( $e$ ):

$$e = \frac{\gamma}{3}, \quad (2)$$

#### Равноканальное угловое прессование

«Один из наиболее широко используемых методов ИПД – Равноканальное угловое прессование. Он был разработан В.М. Сегалом с сотрудниками в 1970-х годах» [66]. В основе метода лежит осуществление простой сдвиговой деформации образца в области пересечения осей двух



равных каналов при продавливании через них стержневой заготовки (рис. 3). Каналы развёрнуты друг относительно друга под определённым углом ( $\phi$ ) (рис.2). заготовки.

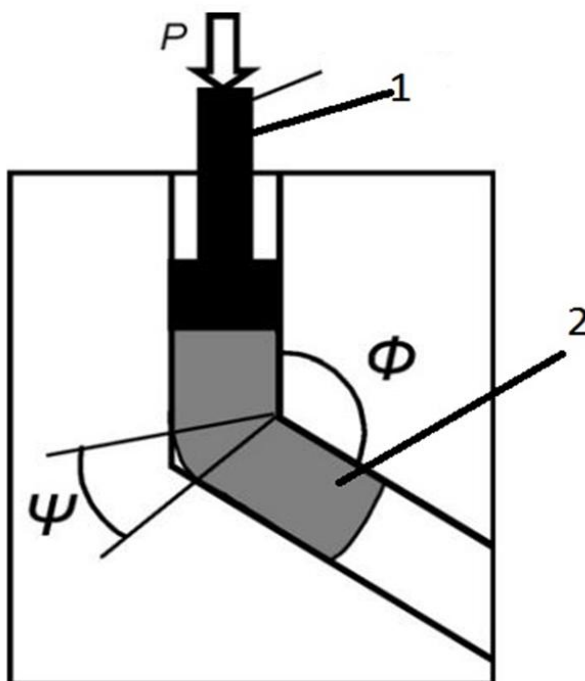


Рисунок 2 – «Классическая схема РКУП, где 1 – пуансон; 2 – образец;  $\Phi$  – угол пересечения двух каналов, а  $\Psi$  – угол, образованный дугой кривизны в точке пересечения» [66].



Рисунок 3 – (а) заготовка для РКУП, (б) образец после РКУП

При одном цикле прессования заготовка претерпевает деформацию равную ( $e$ ), которая определяется по формуле:

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

При  $\varphi=90^\circ$  значение деформации ( $e$ )  $\sim 1,16$ , что хорошо сопоставляется, как и с эмпирическими данными полученным методом сеток [4-7], так и с результатами, полученными путём математического моделирования (рис. 4) [8] Эта деформация эквивалентна деформации осадкой со степенью 70% или деформации прямым прессованием с коэффициентом вытяжки равным 3.

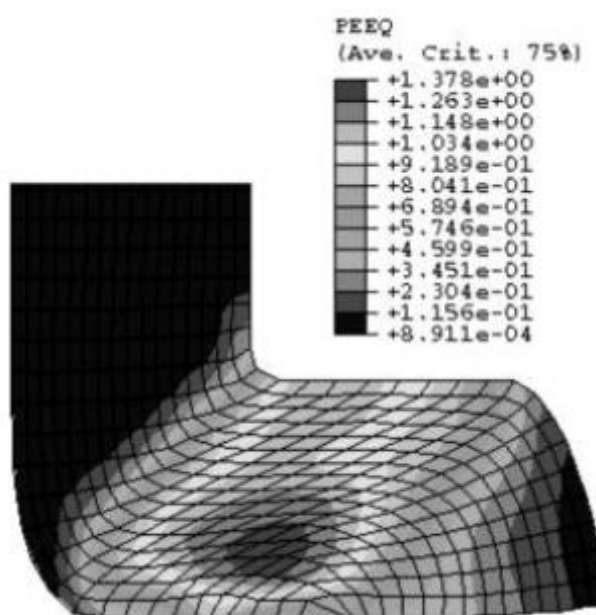


Рисунок 4 – Результаты математического моделирования РКУП иллюстрирующие распределение деформаций в сечении деформированной заготовки [8].

В случае многоциклового РКУП степень деформации суммируется, соответственно это ведёт к накоплению структурных изменений в заготовке. На данный момент сформулированы 4 основных маршрута РКУП (рис. 5):

- «А» образец прессуется без вращения вдоль оси образца между проходами,
- «В<sub>А</sub>» образец попеременно разворачивают вдоль оси протягивания на  $90^\circ$  после каждого прохода,

- «В<sub>С</sub>» вращение вдоль оси образца на 90° против часовой стрелки между каждым проходом;
- «С» Образец поворачивается вдоль оси на 180° между проходами.

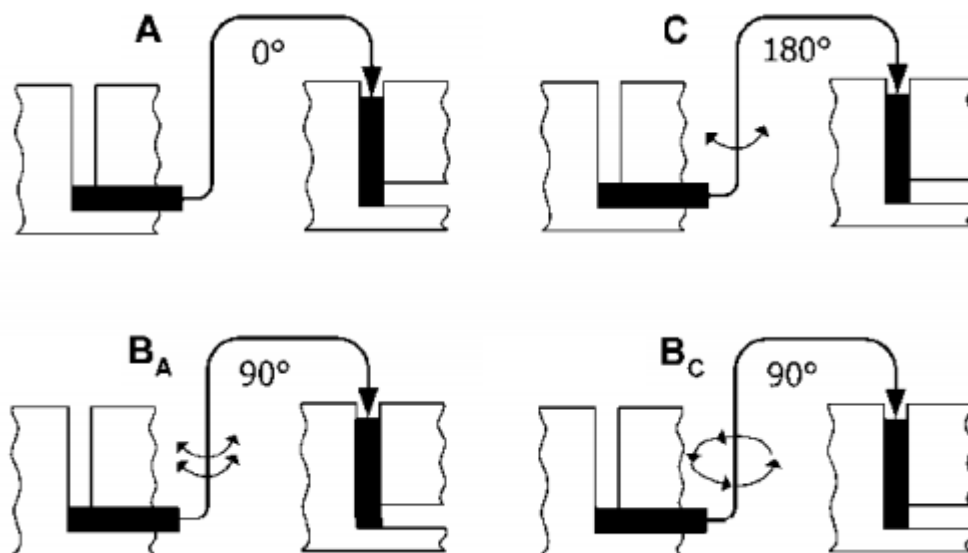


Рисунок 5 – Маршруты обработки равноканальным угловым прессованием.

Основную роль в структурообразовании образца, как показано в работе [9] играет угол переселения каналов  $\varphi$  и угол, образованный дугой кривизны в точке пересечения  $\Psi$ . Степень деформации для РКУП с количеством проходов равным  $N$  можно рассчитать по формуле, предложенной Iwahasi и др. [10. 11]

$$e_N = \frac{2N}{3} \cot \frac{\varphi}{2} + \frac{\Psi}{2} + \Psi \operatorname{cosec} \frac{\varphi}{2} + \frac{\Psi}{2}, \quad (4)$$

Где  $\varphi$  – угол пересечения каналов,  $\Psi$  – угол, образованный дугой кривизны в точке пересечения каналов, рад.

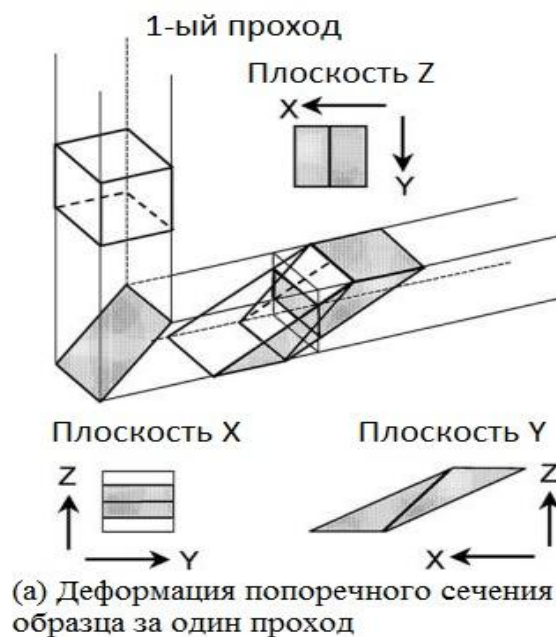
Так же существует альтернативный метод расчёта степени деформации предложенный Goforth и др. [12]

$$e_N = \frac{N}{3} \cot \frac{\varphi + \Psi}{2} + \Psi, \quad (5)$$

Из предложенных формул следует, что при увеличении угла  $\varphi$  степень деформации в образце уменьшается.

В работе [13] авторы на примере чистого Al демонстрировали, как меняется степень деформации и другие параметры заготовки при изменении угла  $\varphi$  в оснастки для РКУП в пределах от 90° до 157,5°. Было определено, что при  $\varphi$  близком к 90° ультрамелкозернистая структура образцов обладает преимущественно равностными зёрнами с большеугловой разориентировкой границ. В данной работе при  $\varphi = 90^\circ$  степень деформации составляла 1.15, и монотонно уменьшалась до 0.9, при достижении углом  $\Psi$  значения 90°.

Ранее уже упоминалось то, что при многократном проведение РКУП сдвиговые деформации суммируются, и степень их изменения зависит от режима проведения обработки. Так, например, в работах [10, 14, 15] авторы исследовали изменение структуры чистого Al в зависимости от применяемого маршрута РКУП. Было показано, что режим РКУП так же в большой степени влияет на структурообразование образцов. Например, обработка по маршрутам Va и Vc ведёт к наиболее быстрому образованию ультрамелкозернистой структуры, при этом маршрут Vc является оптимальным для образования субмикроструктурной структуры из равносных зёрен с преимущественно большеголовыми разориентировками границ. В статье [16] авторы указывают, «что микроструктура чистого алюминия после 10 проходов по маршруту A был таким же, как после 4 проходов по маршруту Vc» [66].



(а) Деформация поперечного сечения образца за один проход

маршрут	плоскость	Номер прохода								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
А	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□
В <sub>A</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
В <sub>C</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
С	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭

(б) Характеристики сдвига для четырёх различных технологических маршрутов

Рисунок 6 – Моделирование деформации материала в процессе РКУП. (а) – деформация поперечного сечения образца после одного прохода. (б) «характеристики сдвига для четырех различных маршрутов обработки» [14].

Помимо всех вышеперечисленных факторов, так же важна температура проведения РКУП. Она должна не достигать температуры рекристаллизации.

Понижение температуры обработки ведёт к уменьшению зерна, однако это влечёт к образованию более неравновесных границ зёрен.

Однако при изучении механизмов деформации материала при многоцикловом «РКУП стоит учитывать ещё один эффект, который мало где упоминается – это эффект перемещения материала по поверхности заготовки вдоль её продольной оси» [18]. Механизм образования данного эффекта обусловлен тем, что нижний торец заготовки упираясь в «дно» вертикального канала на какое-то время останавливается, а одна из боковых граней над этим торцом «перетекает» в горизонтальный канал (более подробно этот эффект показан на рисунке 4), в результате происходит заворачивание изначального торца заготовки (рис. 7). Величина данного перемещения пропорциональна диаметру заготовки. При многократном процессе данный эффект достигает таких величин, что изначальные торцы образца перемещаются практически в её центр. Сильнее всего это явление протикает при РКУП по маршруту А, этот эффект принято считать положительным, благодаря нему происходит устранение строчечности и зональности исходной структуры металла [18].

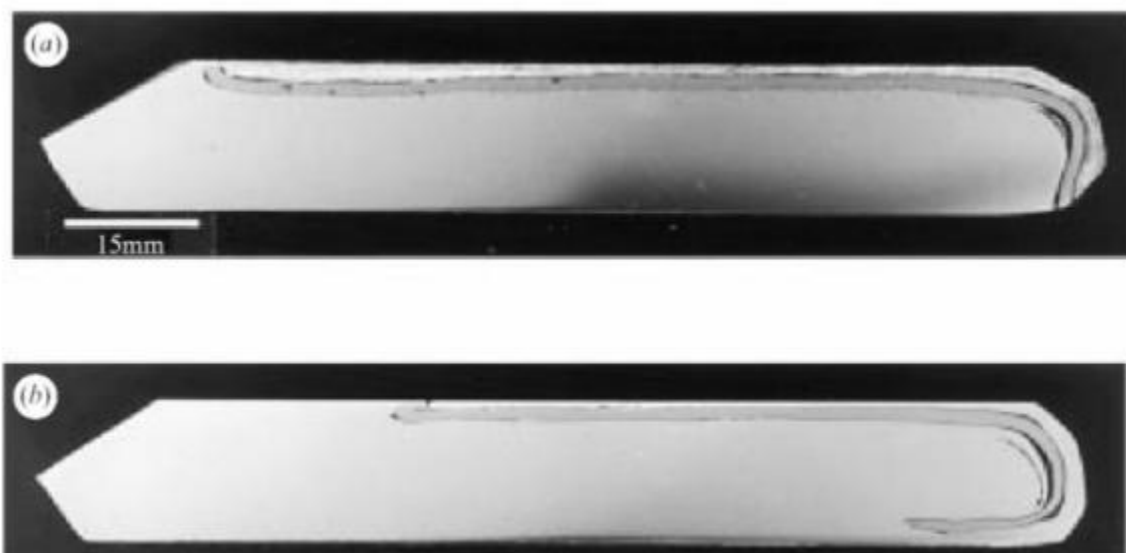


Рисунок 7 – Продольное сечение образца, с внедрённой в его поверхностный слой проволокой после (а) двух и (б) пяти проходов РКУП по маршруту А, где  $\varphi=135^\circ$  [18].

Классическая методика РКУП обеспечивает хороший результат на «лабораторном» этапе работ, где целью является изучение способности к деформации материалов, анализ получаемых в них структур и свойств. Однако при переходе на промышленный уровень производства в данной методике проявляется ряд проблем. Например, ввиду того что проталкивание заготовки по горизонтальному каналу осуществляется следующей заготовкой, помещённой в вертикальный канал, в местах соприкосновения двух заготовок образуются дефекты типа заковы и зажим. Так же, форма деформируемой заготовки сильно отличается от изначальной (рис. 3), в результате чего образцы приходится подвергать дополнительно мех. обработке. Помимо данных проблем, существуют трудности тех. обслуживания оснастки – отсутствия возможности своевременного доступа к каналам с целью их зачистки, смазки, контроля поверхностей каналов и подобных. В связи с этим были разработаны ряд схем РКУП, способных обеспечить промышленные объёмы производства.

Одной из разновидностей схем РКУП является равноканальное угловое прессование с противодавлением. Преимуществом этой схемы является возможность деформировать только одну «заготовку с сохранением её первоначальной формы, что значительно повышает коэффициент используемого материала, а также то, что за счёт воздействия на заготовку противодавления механизм деформации близок к чистому сдвигу, в результате чего обеспечивается большая однородность структуры заготовки по поперечному сечению» [19]. При данной схеме деформации оснастка состоит из разъёмной матрицы, подвижного поддона и пуансона (рис. 8 (а)). При продавливании заготовки пуансоном по вертикальному каналу, она, упираясь в дно инициирует движение подвижного поддона, который оказывает на неё определённое противодавление (рис. 8 (б)) [19]. Однако и эта схема прессования не лишена недостатков. «Возможна обработка только образцов квадратного сечения. Сложность конструкции, обусловленная большим количеством деталей, значительная часть из которых подвижна» [19] приводит к увеличению стоимости производства оснастки, ввиду необходимости точной подгонки её частей друг к другу, а так же снижению её надёжности. Помимо этого, для извлечения заготовки необходимо каждый раз снимать подвижный поддон и удалять из него заготовку, что весьма трудоёмко.



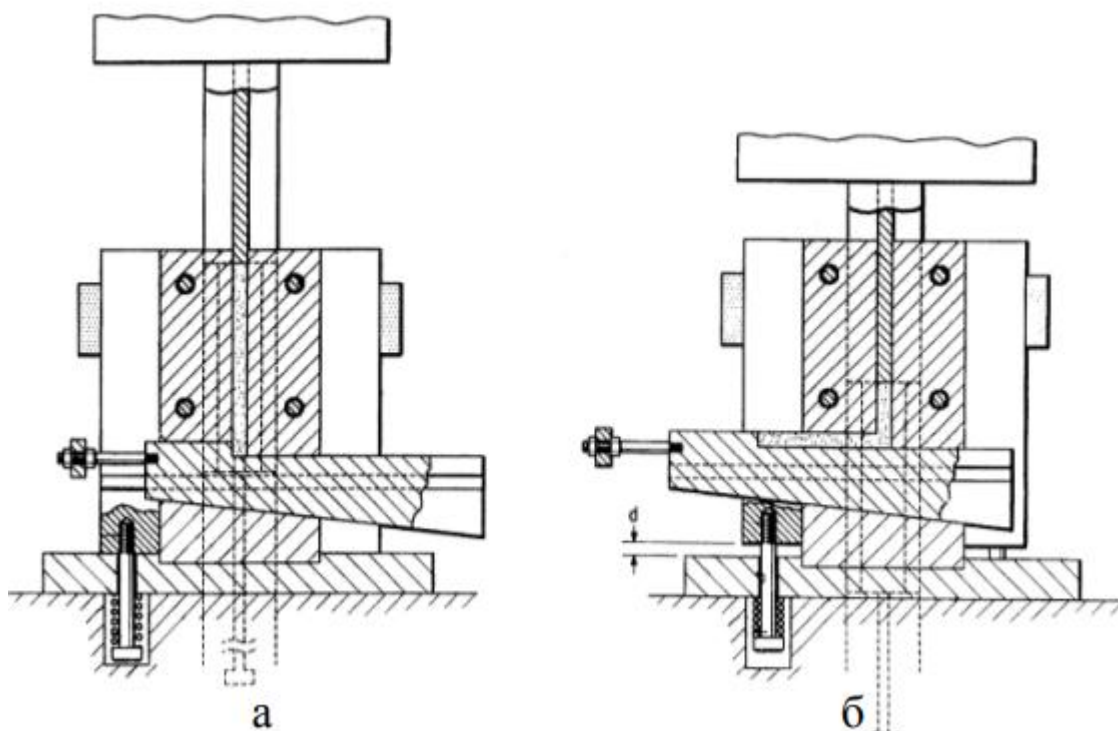


Рисунок 8 – Схема равноканального углового прессования с противодавлением. (а) - начало цикла, (б) – конец цикла.

Ещё одной разновидностью «РКУП является, разработанная в ИФПМ УГАТУ метод РКУП в параллельных каналах (рис. 9).

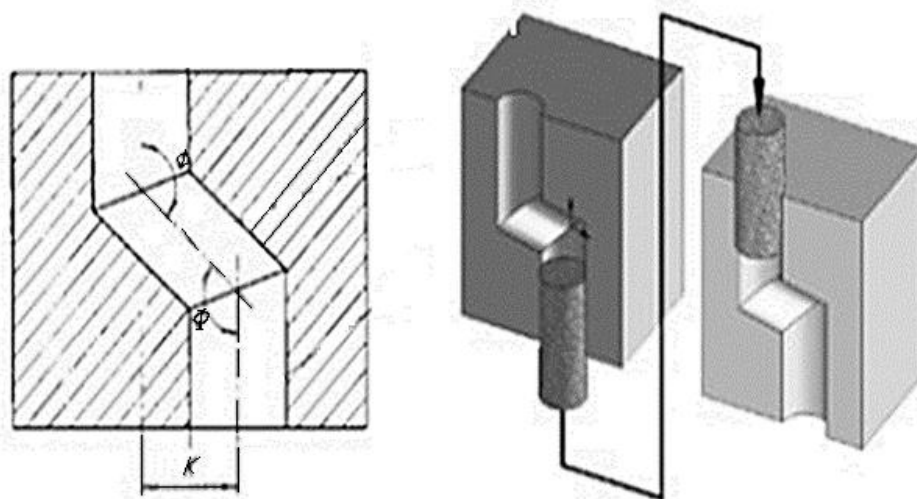


Рисунок 9 – Схема РКУП в параллельных каналах.

«Плюсы данной обработки: значительное уменьшение количества циклов прессования; отсутствие изменений формы образца и, как следствие, повышение коэффициента использования материала. Доминирующий параметр данного метода, который характеризует однородность течения материала – это расстояние от одного вертикального канала до другого и угол пересечения вертикальных и горизонтального каналов  $\varphi$  [66].

Помимо вышеперечисленных разновидностей равноканального углового прессования, популярным является так же технология РКУП-Конформ (РКУП-К) изображённая на рисунке 10.

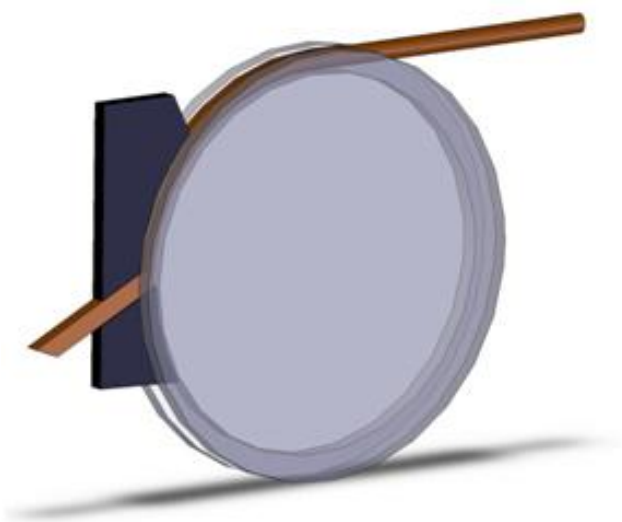


Рисунок 10 – Схема РКУП конформ.

«Преимуществом данной технологии является возможность получения длинномерных образцов; возможность неоднократного продавливания заготовки через оснастку. Непрерывный процесс прессования, в котором активные силы трения обеспечивают силовые условия деформирования заготовки. Метод РКУП-Конформ основан на сочетании процессов РКУП и «конформ» [20, 21, 65].

## Всесторонняя изотермическая ковка

Ещё одним распространённым способом получения УМЗ структуры в объёмных материалах является Всесторонняя изотермическая ковка. Суть этого способа ИПД заключается в том, что заготовку подвергают многократному повторению циклов ковки – совокупность операций осадки, кантовки, протяжки (рис. 11).



Рисунок 11 - Принципиальная схема всесторонней изотермической ковки [23]

По завершению каждого этапа ковки, производят снижение температуры обработки материала. По завершению повторений вышеописанных операций заготовка принимает форму, схожую с исходной. В результате многократной динамической и постдинамической рекристаллизации происходит формирование равномерной УМЗ и наноструктур в объёмных образцах. По завершению операций свободной ковки «полученный полуфабрикат подвергают последующей изотермической штамповке/формовке/раскатке в условиях сверхпластичности. После этого материал подвергают финишной термообработке» [22] . Хотя, по сравнению

с обычной ковкой, при которой в материале в результате осадки, из-за контактного трения между бойками и заготовкой, возникает локализация напряжений, проявляющаяся в виде полос сдвига, которые приводят к сильной неоднородности структуры последующие операции протяжки-осадки способствуют достижению большой степени однородности структуры образца. Однако, нельзя говорить о том, что удалось добиться полностью однородной структуры, т.к. на материале прошедшем всестороннюю изотермическую ковку можно наблюдать области неравномерного течения материала на периферии [22].

Преимуществами данного метода является то, что метод включает в себя последовательное повторение простых операций свободнойковки - осадки и протяжки. Благодаря чему не требуется наличие сложного дорогостоящего инструмента и позволяет использовать существующее технологическое и прессовое оборудование.

Данный способ ИПД позволяет производить объемные заготовки с большой однородностью ультрамелкозернистой структурой со средним размером зерна  $d \sim 10-100$  нм, более глубокое измельчение можно достичь, используя более мощное оборудование [22]. Так же это наличие возможности проводить прессование металла в большом диапазоне температур ( $T=20-950^\circ\text{C}$ ) в изотермических условиях. Это обеспечивается подогреваемыми плоскими бойками из жаропрочного никелевого сплава. Благодаря вышеописанному обеспечивается возможность получения однородной деформации и как следствие однородной УМЗ структуры. Можно внести в материал значительную энергию на единицу массы – намного больше, чем при использовании известных методов интенсивной пластической деформации, таких как кручение под давлением и равноканальное угловое прессование. «Алгоритм метода всестороннейковки является универсальным. Он позволяет получать объемные наноструктурные

полуфабрикаты из различных металлов и сплавов, таких как магниевые, алюминиевые, титановые, медные сплавы, стали, включая труднодеформируемые никелевые жаропрочные и интерметаллидные сплавы» [22].

## 1.2. Структура и свойства УМЗ материалов

Развитие различных методик получения материалов с УМЗ структурой обусловлено наличием у этих материалов свойств или комплекса свойств, не типичных для них в исходном крупнозернистом состоянии. Так, например в работе [24] авторы сравнивают структуру и свойства УМЗ проволоки из высокоуглеродистой стали марки 75 по сравнению с её исходным состоянием. В КЗ состоянии проволока имеет типичную для данного класса стали феррито-перлитную структуру, где количество феррита не более 5%, что говорит о её низкой пластичности. После проведения ряда экспериментов с целью выбора оптимальных режимов обработки были определены два оптимальных, где общая степень обжатия в волокнах составляла 19.88% и 16.89%, для диаметра проволоки 3.05 мм и 2.15 мм соответственно. Результаты проведённых механических испытаний можно наблюдать на рисунках 12-15.

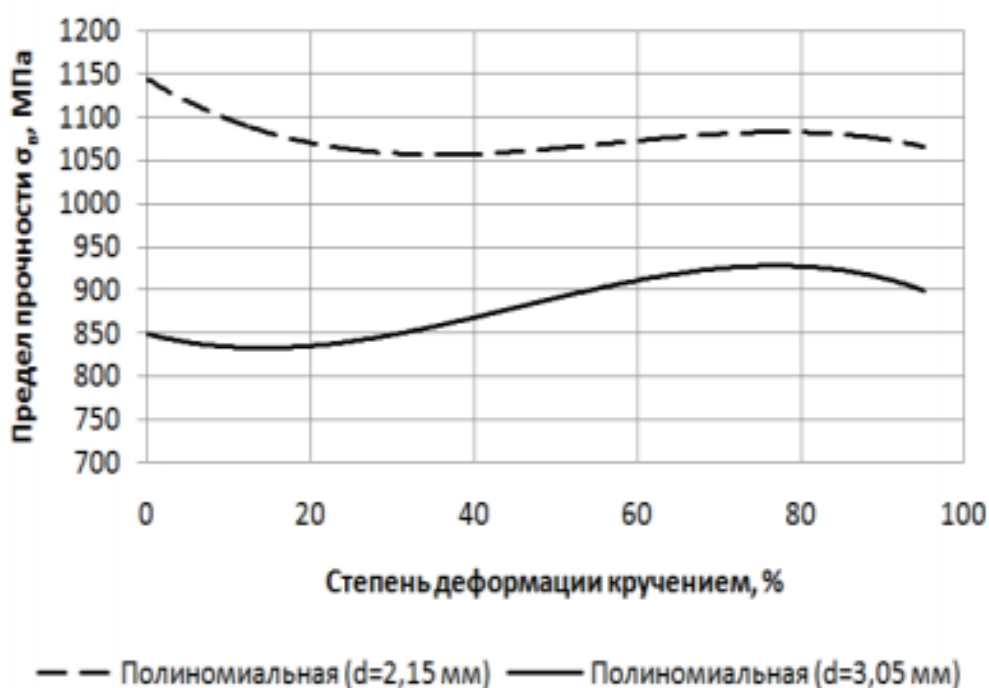


Рисунок 12 – Зависимость предела прочности высокоуглеродистой проволоки с УМЗ структурой от степени деформации кручением.

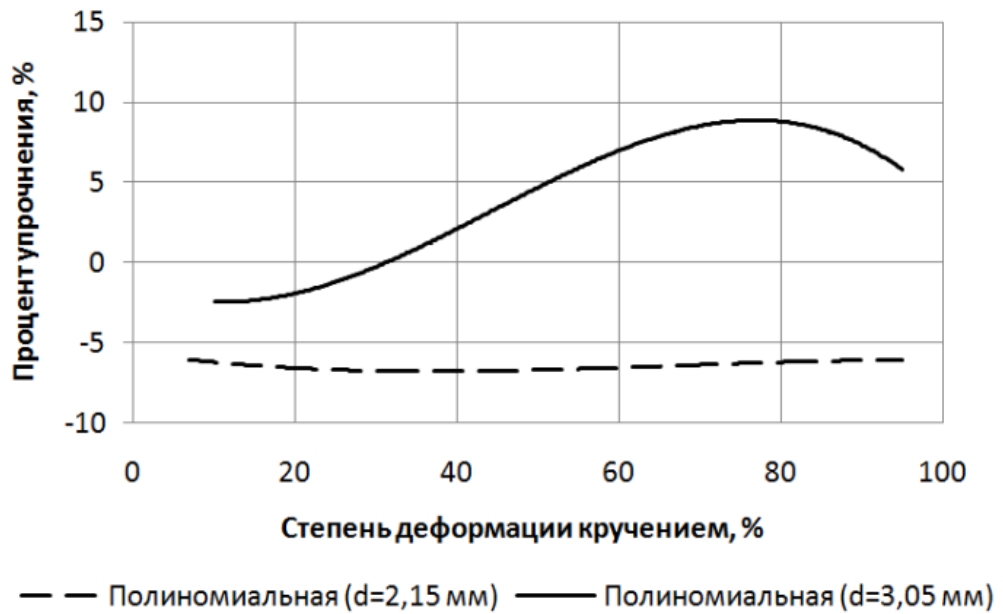


Рисунок 13 – Зависимость упрочнения проволоки от степени деформации.

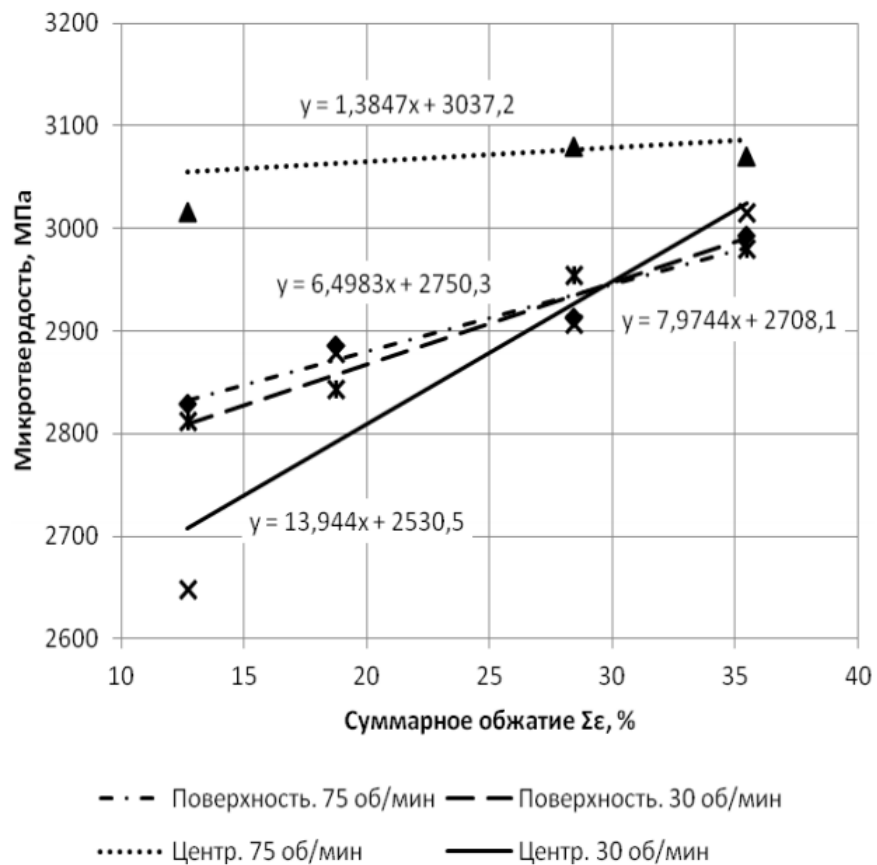


Рисунок 14 – Зависимость микротвёрдости обработанной высокоуглеродистой проволоки от суммарного обжатия при волочении при различной степени деформации.

Из вышеупомянутой статьи наглядно видно, как сильно влияет степень деформации (режим обработки) на эксплуатационные свойства проволоки. И по результатам данной работы авторы определили такие режимы обработки, которые позволяют получить наибольший прирост прочности и пластичности материала по сравнению с исходным КЗ аналогом.

В следующей статье [25] Исламгалиев, Ганеев и др. исследовали структуру и свойства мартенситной стали 13X11H2B2MФ-Ш, химический состав которой представлен в табл. 1.

Таблица 1 – химический состав стали 13X11H2B2MФ-Ш

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	W	V
0,1–	до 0,6	до 0,6	1,5–	до	до	10,5–	0,35–	1,6–2	0,18–
0,16			1,8	0,03	0,03	12	0,5		0,3

Исходный крупнозернистый материал подвергали термообработке (выдержке 1 час при 1050оС с последующем охлаждением на воздухе и отпуском при температуре 800оС в течении 1 ч.) УМЗ структуру получали путём «интенсивной пластической деформации кручением под давлением 6 ГПА» [26] дисков диаметром 20 мм и толщиной 1 мм, количество оборотов было равно 10. Деформацию проводили при 20 оС и 300 оС. В результате чего после ИПДК микротвёрдость стали значительно повысилась вне зависимости от температур проведения обработки (разница составила менее 8%), при дальнейшем нагреве образцов до 450-500оС микротвёрдость возрастала, авторы связывают это с выделением упрочняющей фазы, в виде дисперсных частиц. А при отжиге при температурах выше 600оС наблюдалось снижение микротвердости, что авторы объяснили началом рекристаллизационных процессов и укрупнением выделившихся дисперсионных частиц. На изображении 15 можно наблюдать, что



ультрамелкозернистая структура, которая сформировалась в результате ИПДК в стали 13X11H2B2MФ-Ш стабильна до 600оС.

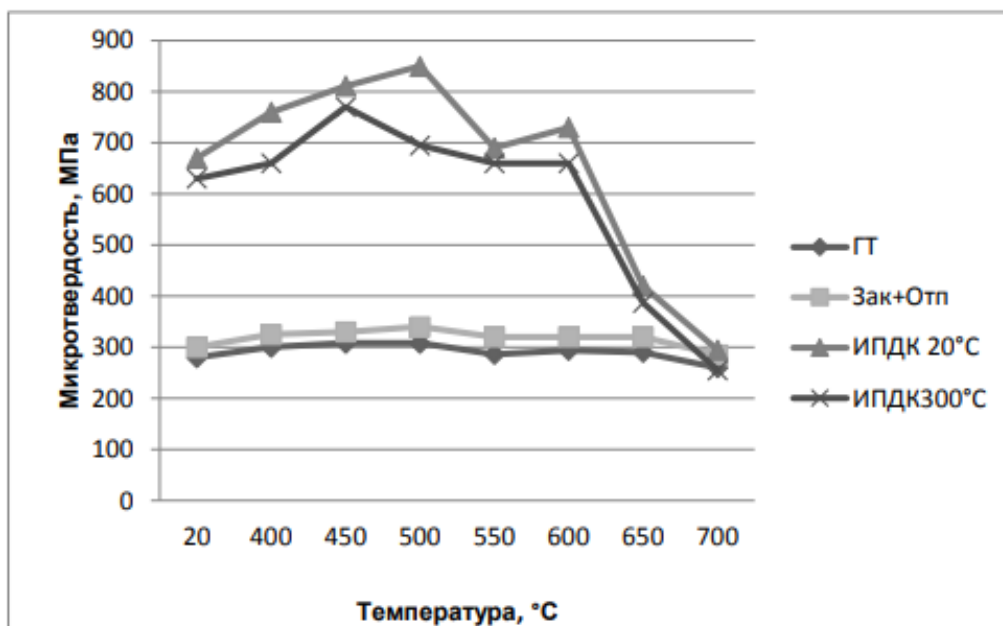


Рисунок 15 - Влияние температурного режима отжига на микротвердость образцов мартенситной стали 13X11H2B2MФ-Ш после кручения.

А так же проводили РКУП с  $\phi=120$  и диаметром каналов 20мм и количеством проходов равным 6. При этом схема РКУП включала 2 цикла 600 °С, 2 цикла 550 °С, 2 цикла 500 °С, что позволило автором добиться целостной бездефектной структуры заготовок. В результате РКУП удалось измельчить структуру до среднего размера зерна  $\approx 450$  нм (рис.16) с выделением дисперсных частиц упрочняющей фазы, размер которых составлял до 50 нм., авторы предполагают, что их выделение произошло в результате высоких температур РКУП обработки.

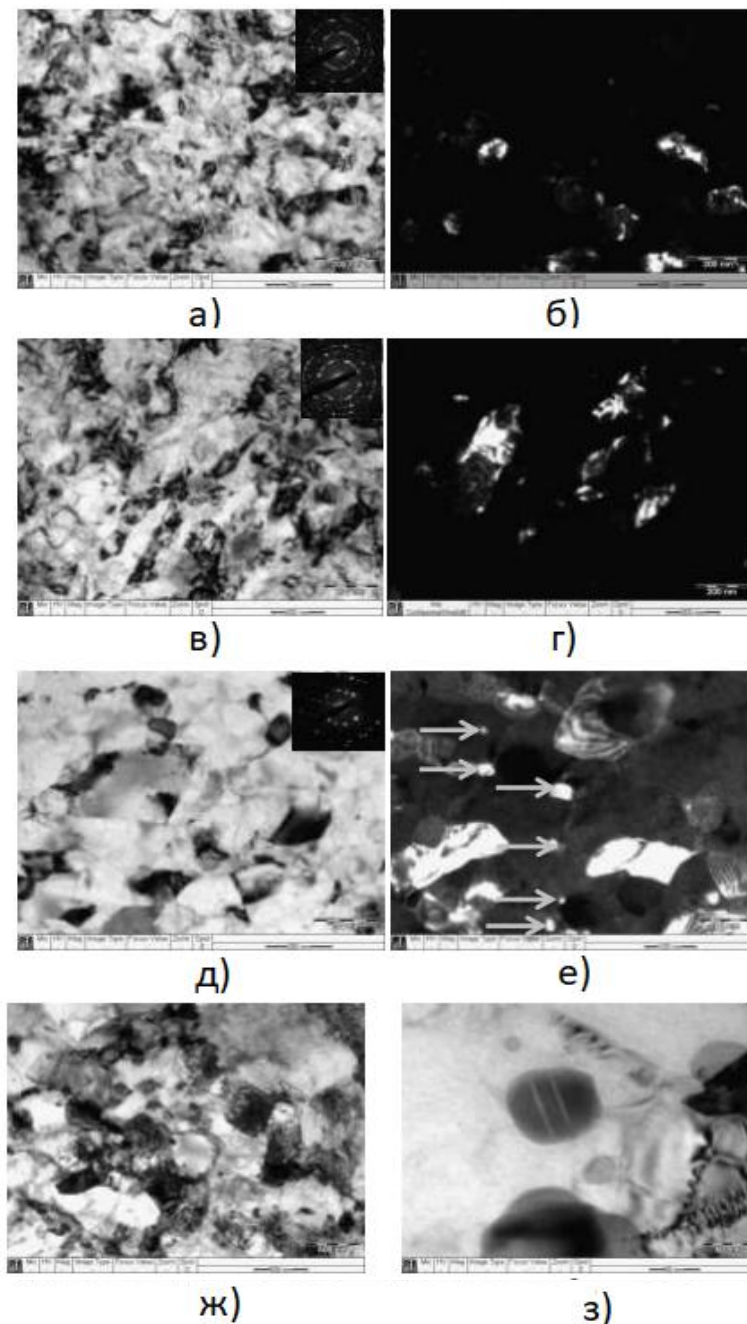


Рисунок 16 – Тонкая структура стали 13X11H2B2MФ-Ш после кручения при 20°C (а; б); после кручения при температуре 300°C (в; г); после кручения и отжига при температуре 450°C (д; е); после «РКУП (ж, з) (а, в, д, ж – светлопольное изображение; б, г, е, з – изображение дисперсных частиц) [26].

В результате проведения вышеописанных режимов обработки, авторы получили измельчённую структуру стали 13X11H2B2MФ-Ш до 150 нм при интенсивной пластической деформации кручением, и до 500 нм при

равноканальном угловом прессовании. Помимо этого, данная структура оставалась стабильной во всем рабочем диапазоне до 600 °С. При испытаниях на статическое растяжение определили, что  $\sigma$  – предел прочности образцов, после углового прессования повысился с 1030 МПа до 1070 МПа с сохранением пластичности примерно 8%.

В другой работе [26] изучается влияние УМЗ структуры на механические свойства титановых сплавов, а также описывается предполагаемая модель деформационного поведения титанового сплава. Автор рассказывает, что прочность – способность материала сопротивляться «пластической деформации в условиях статического нагружения» [23] для поликристаллов характеризуется уравнением Холла-Петча» [23, 27, 28]:  $\sigma_f = \sigma_i(e) + k_f d^{-1/2}$ , (1.1) где  $\sigma_i(e)$  и  $k_f$  - коэффициенты, характеризующие остаточную деформацию;  $d$  – размер зерна. Физический смысл констант:  $\sigma_i(e)$  - характеризует «сопротивление движению дислокаций в теле зерна,  $k_f$  – характеризует величину локальных напряжений, необходимых границе зерна для передачи пластической деформации» [23, 29, 30]. Когда структура имеет субзеренный или ячеистый характер зависимость (1.1) не меняется, только величина  $k_f$ , обычно, незначительно снижается, а показатель степени стремится к единице [31, 32]. Автор говорит о том, что обычно рассматривают две основные модели механизма возникновения соотношения (1.1): эстафетный и аккумуляционный. Первый из них предполагает механизм передачи скольжения от одного зерна к другому [27]. В данном случае границы зерен рассматриваются как барьеры для «скопления дислокаций, вызывающих концентрацию напряжений и активизацию дислокационных источников в соседних зернах» [23]. Исходя из этого, данный механизм способен объяснить «закон Холла-Петча на начальном этапе пластической деформации» [23] поликристалла до напряжения  $= \sigma_0$ , соответствующее величине пластической деформации  $\epsilon = 0,2\%$  [33]. Однако, по словам автора, отношение Холла-Петча (1.1) справедливо и для нагрузок

$\sigma$ , значительно превышающих предел текучести [23, 34. 35], а коэффициент  $k_f = \frac{\partial \sigma}{\partial (d^{-1/2})}$  при этом «является возрастающей функцией степени деформации, но может и снижаться с ростом величины деформации» [23]. В статьях, объясняющих эти явления [35.36] была предложена модель, объясняющая справедливость соотношения (1.1) выше величины пластической деформации  $\varepsilon = 0,2 \%$ , в соответствии с которой при таких деформациях в поликристалле происходит аккумуляция дислокаций в большей степени, чем в монокристалле из-за ограниченной границами зёрен длины свободного пробега дислокаций, и при этом границы зёрен инициируют зарождение новых дислокаций. Исходя из этой модели следует, что снижение размера зерна ведёт к повышению плотности дислокаций в поликристаллах [37]. Данные факторы позволяют говорить о том, что получение УМЗ структуры в металлических материалах является перспективным для их упрочнения, а соотношение Холла-Петча распространяется на большой интервале нагрузок. Например в работах [38-42] авторы приводят аналогичные данные для различных материалов  $\alpha$ -Fe, Ti, Cu, Fe и других металлов и сплавов с УМЗ и нано-структурой.

Однако чрезмерное измельчение зерна в металлических материалах приводит к обратному эффекту. В работах [33, 43-49] рассказывается, что в материалах с размером зёрен  $d \leq 10-15$  нм замечено отклонение от закона Холла-Пэтча обусловленное понижением таких характеристик как предел текучести и твёрдости. Некоторые пытаются объяснить этот феномен моделью, при которой такой материал рассматривают как двухфазную систему, где одной фазой является объём зерна, он считается твёрдой составляющей, и второй – граница зерна, которую принимают мягкой составляющей. Так как при размере зерна  $d \leq 5-10$  нм объёмная часть материала, приходящаяся на границы зёрен, составляет до десятков процентов, отклонение от закона Холла-Пэтча связывают большим влиянием границ зёрен на механизмы деформирования таких поликристаллов. Другие

связывают отклонение от закона Холла-Петча с изменением механизма деформации наноструктурных материалов с дислокационного на вакансионный (ползучесть Кобла и т.п.) и с появлением эффекта.

Так же в работе [36] описываются механические свойства титанового сплава ВТ6 прошедшего различные обработки интенсивной пластической деформацией. Так, например отмечаются работы [50,51,52] в которых были достигнуты высокие показатели механической прочности сплава ВТ6 и их однородность по сечению образца, полученного путём ВК. Следующие авторы [53, 54] с помощью испытаний на растяжение образцов, полученных порошковым методом с последующей консолидацией РКУП установили, что снижение температуры РКУП приводит к повышению предела текучести, установили прямую «связь между прочностью и толщиной  $\alpha$ -пластин, и, таким образом, эффективной длиной скольжения» [23].

Таблица \* – «Влияние ИПД на механические свойства сплава ВТ6» [23, 36]

Обработка	Вид образца	Размер зерна/ пластин, мкм	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_{0.02}$ , МПа	$\delta$ , %
Крупнозернистое состояние	цилиндр, $\varnothing$ 3 мм, l = 30 мм	20-25	$\geq 860$	$\geq 780$	$\geq 12$
Кручение под высоким давлением, 20°C, 5 ГПа, $\varepsilon = 6$	Лист, h = 1мм, l = 1 мм	0,08	1750	1750	1
ВК, $\Sigma\varepsilon = 3$	Круглый,	0,3	1360	1350	7

	∅ 3 мм, l = 30 мм				
РКУП, 90°, 550 °С, ε = 1	Плоский, h = 1,5 мм, l = 3 мм	бимодальная 6,8/0,25	1225	1076	3,6
РКУП, 90°, 800 °С, ε = 1	Плоский, h = 1,5 мм, l = 3 мм	бимодальная 9,7/450	1149	941	5,6
РКУП, 90°, 800 °С, ε = 2	Плоский, h = 1,5 мм, l = 3 мм	бимодальная 8,7/305	1257	1040	9,1

В следующей работе [55] А.В. Поляков, Д.В. Гундеров и др продемонстрировали результаты изучения эволюции микроструктуры технически чистого титана Grade 4 в зависимости от количества циклов обработки РКУП-conform. Они показали, что после двух первых проходов РКУП-С микроструктура титана приобретает сильно фрагментированный вид с наличием деформационных полос. После увеличения количества проходов РКУП-conform до шести, структура, имеющая полосы трансформируется в УМЗ структуру со средним размером зерна  $\approx 250$  нм. В результате этого прочность титана повышается после каждого нового цикла РКУП-conform, в то время как пластичность, после первого цикла практически останавливается на уровне 12%, и с дальнейшим ростом степени деформации почти не меняется [30]. В результате дальнейшей деформации титана методом РКУП-С прочность возросла до 1300 МПа, а пластичность осталась около 11% (рис.17).

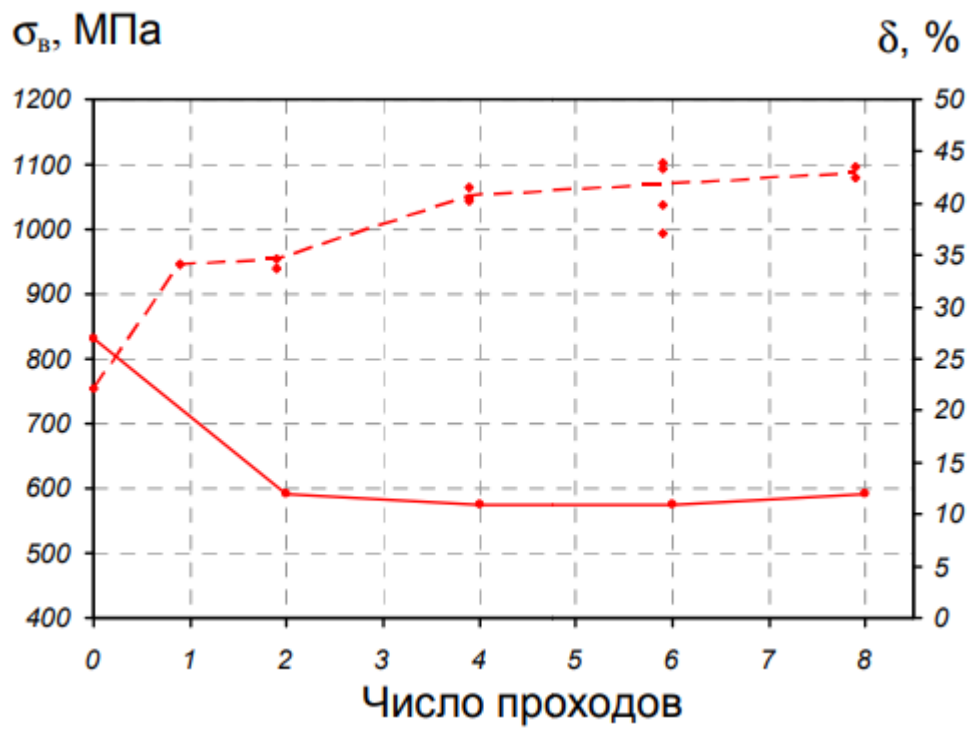


Рисунок 17 – Зависимость предела прочности ( $\sigma_B$ ) и деформации ( $\delta$ ) титана технической чистоты от количества проходов РКУП-С при растяжении

### 1.3. Кинетика и механизмы усталостного разрушения материалов

Усталостью материала называют явление, при котором происходит постепенное его разупрочнение под действием переменных нагрузок. В результате воздействия на материал циклических нагрузок, в нём происходит инициация и развитие усталостных трещин. Данное явление является одной из основных эксплуатационных характеристик металлических материалов. Установлено, что в результате усталостного разрушения металлических конструкций произошли такие известные катастрофы как:

1842 – Версальская железнодорожная катастрофа. Одна из крупнейших железнодорожных катастроф XIX века. Последующее расследование показало всю важность исследований усталости материалов от постоянных циклических нагрузок;

1919 – затопление Бостона патокой;

1954 – Крушения самолётов De Havilland Comet;

1972 – катастрофа Ан-10 под Харьковом;

1977 – обрушение пешеходного моста на станции Пушкино;

1988 – Происшествие с Boeing 737 над Кахулуи;

1989 – катастрофа DC-10 в Су-Сити;

1992 – авиакатастрофа в Амстердаме;

1998 – крушение ICE у Эшеде;

2009 – авария на Саяно-Шушенской ГЭС;

2018 – Авария на авиалайнере Рейс 1380 Southwest Airlines.



Из вышеуказанного списка видно, что с проблемой усталостного разрушения человечество столкнулось ещё в 19 веке, с тех пор это явление регулярно напоминает о себе. В настоящее время проблему усталостного разрушения решают путём упрочнения поверхностного слоя материала, что несколько препятствует возникновению усталостной трещины, тем не менее это лишь в какой-то степени увеличивает ресурс конструкции. Способность материала сопротивляться усталостному разрушению принято называть выносливостью. А предел выносливости — это максимальное по абсолютному значению напряжение, при котором материал еще способен сопротивляться усталостному разрушению при любом произвольно большом числе повторений переменных напряжений. Предел выносливости определяется экспериментально [56].

Принято считать, что в процессе усталостного разрушения последовательно реализуются два процесса: зарождение усталостной трещины на поверхности материала и её распространение в объёме материала. Таким образом влияя на один из этих факторов или сразу на оба, можно регулировать предел выносливости конструкции.

Рассмотрим подробно процесс инициации «усталостной трещины. В одной модели утверждается, что результате движения дислокаций, происходит появление тонких полос скольжения на поверхности» [38] образцов (рис.18). Высота этих выступов и канавок, образующихся в области скольжения, может достигать  $10^{-4} - 10^{-5}$  см. Так же, при циклическом нагружении могут образовываться тонкие выдавленные полосы скольжения. В конечном итоге эти места служат концентраторами, то есть местами возникновения трещин.

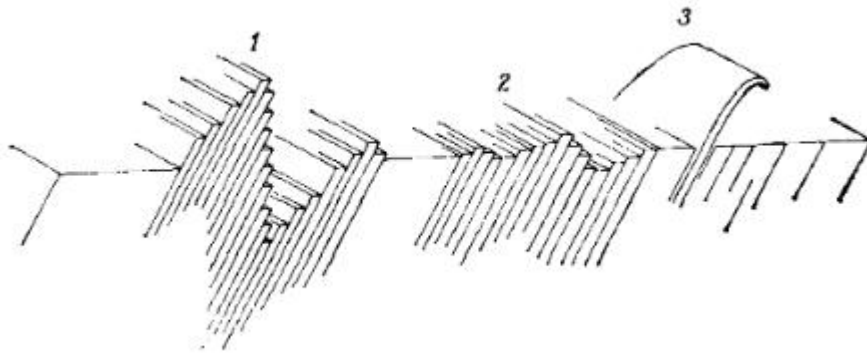


Рисунок 18 – «Канавки и выступы, образующиеся при знакопеременном нагружении в области скольжения. 1 – выступ и канавка; 2 – неровности; 3 – выдавливание полосы скольжения» [38].

«Так же существует ещё одна модель образования усталостных дефектов. Она гласит о том, что под действием циклических нагрузок происходит образование множества дислокационных петель, при дальнейшем взаимодействии которых, в некоторых местах атомной решётки образуются скопления вакансий. Эти скопления вакансий» [38] образуют микропоры – очаги усталостных трещин.

Последующий рост микропор (очагов) усталостных трещин происходит по плоскостям скольжения, направления которых наиболее близки к направлению касательных напряжений. Изменений механизма роста трещины не наблюдается, пока она растёт вдоль плоскости скольжения. Данные процессы развития трещины соответствуют первой стадии роста усталостной трещины (зона зарождения усталостной трещины). Данная стадия роста усталостной трещины может быть незначительной, а может играть существенную роль во всей усталостной прочности (способности материала сопротивляться усталостному разрушению), и как правило характерна для малых приложенных напряжений. На этой стадии трещина развивается медленно. В случаях, когда циклические напряжения велики, когда на поверхности материала имеются вырезы или другие концентраторы,

или когда растягивающие напряжения велики относительно касательной составляющей первая стадия роста трещины как правило переходит во вторую.

Вторая стадия роста трещины (зона развития усталостной трещины) развивается под действием наибольшего главного нормального напряжения вблизи зоны устья трещины. При этом вершина трещины как правило, отклоняется от существующей плоскости скольжения и переходит в направлении близкое к перпендикулярному направлению главного нормального напряжения. Морфология излома, соответствующего второй стадии роста усталостной трещины, характеризуется появлением на ней борозд и полос. Плотность и ширина этих борозд и полос характеризуются величиной приложенного нагружения. Поверхность усталостного излома, соответствующая второй стадии, как правило сравнительно гладкая.

При достижении усталостной трещины критического размера следующий цикл нагружения является завершающим, при этом усталостная трещина переходит на третью стадию (зона долома «усталостной трещины»). Морфология поверхности усталостного излома на этой стадии свидетельствует о возникновении непосредственно перед разрушением пластической деформации.

Для определения» [38] и сопоставления усталостных характеристик материала принято использовать кинетическую диаграмму усталостного разрушения (КДУР). Эта диаграмма показывает зависимость скорости роста трещины  $da/dn$  от размаха коэффициента интенсивности напряжений  $\Delta K$  (рис. 19). Участки 1,2,3 соответствуют первой, второй и третьей стадии развития усталостной трещины соответственно. Для определения скорости роста трещины принято использовать уравнение, предложение П. Пэрисом и Ф. Эрдоганом

$$\frac{dl}{dN} = C(\Delta K)^n \quad (*)$$

Где  $C$  и  $n$  – эмпирические константы материала;  $\Delta K$  – размах коэффициента интенсивности напряжения, соответствующий размаху нагрузки в цикле нагружения.

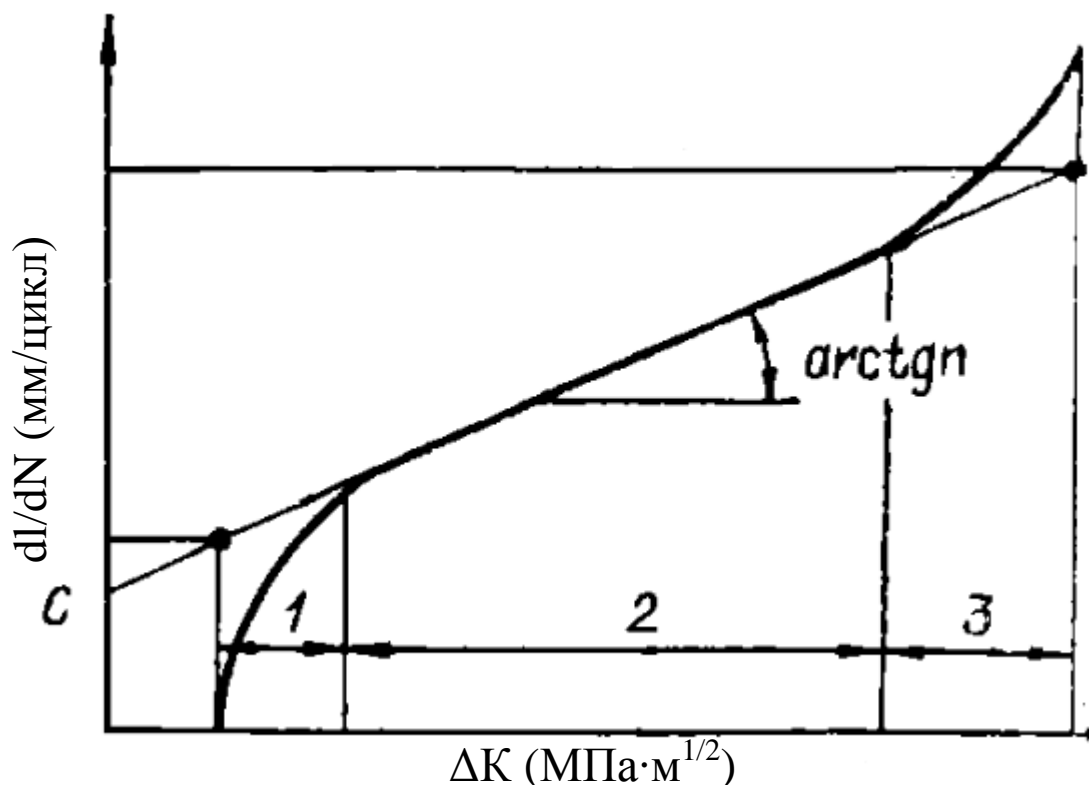


Рисунок 19 – Кинетическая диаграмма усталостного разрушения.

Первому участку зарождения усталостной трещины соответствуют низкие скорости роста трещины ( $dl/dN = V_1 = 0,1\text{мкм/цикл}$ ), третьему участку роста усталостной трещины соответствуют высокие скорости роста трещины ( $dl/dN = V_2 = 2-3\text{мкм/цикл}$ ), а второму участку установившегося роста трещины соответствуют скорости ( $V_{1-2} < V < V_{2-3}$ )

#### 1.4. Влияние УМЗ состояния на усталостную прочность металлических материалов

В статье [58] Юрий Эстрин и Алексей Виноградов рассматривают усталостное поведение лёгких сплавов с УМЗ структурой, полученной путём интенсивной пластической деформации. И хотя обычно при большом измельчении зерна предел прочности при растяжении повышается, однако усталостная прочность как правило не возрастает в той же степени. В их исследовании изучались сплавы на основе Al, Mg и Ti, и они предположили, что это явление не связано со строением кристаллографической решётки. Ими рассматривались различные факторы, которые могут влиять на усталостное поведение, и акцент делается на роли легирующих добавок, как основных факторов, влияющих на усталостную прочность. Прямое влияние легирующих добавок на усталостную прочность обычно сильнее, чем их косвенный вклад в усталостное упрочнение через влияние на измельчаемость зерна. Для подтверждения, в статье приведены последние примеры в литературе и наших собственных работах. Традиционная стратегия улучшения усталости основана на следующей корреляции, показанной на рис. 18: чем выше прочность при монотонном нагружении, тем выше предел выносливости (усталость).

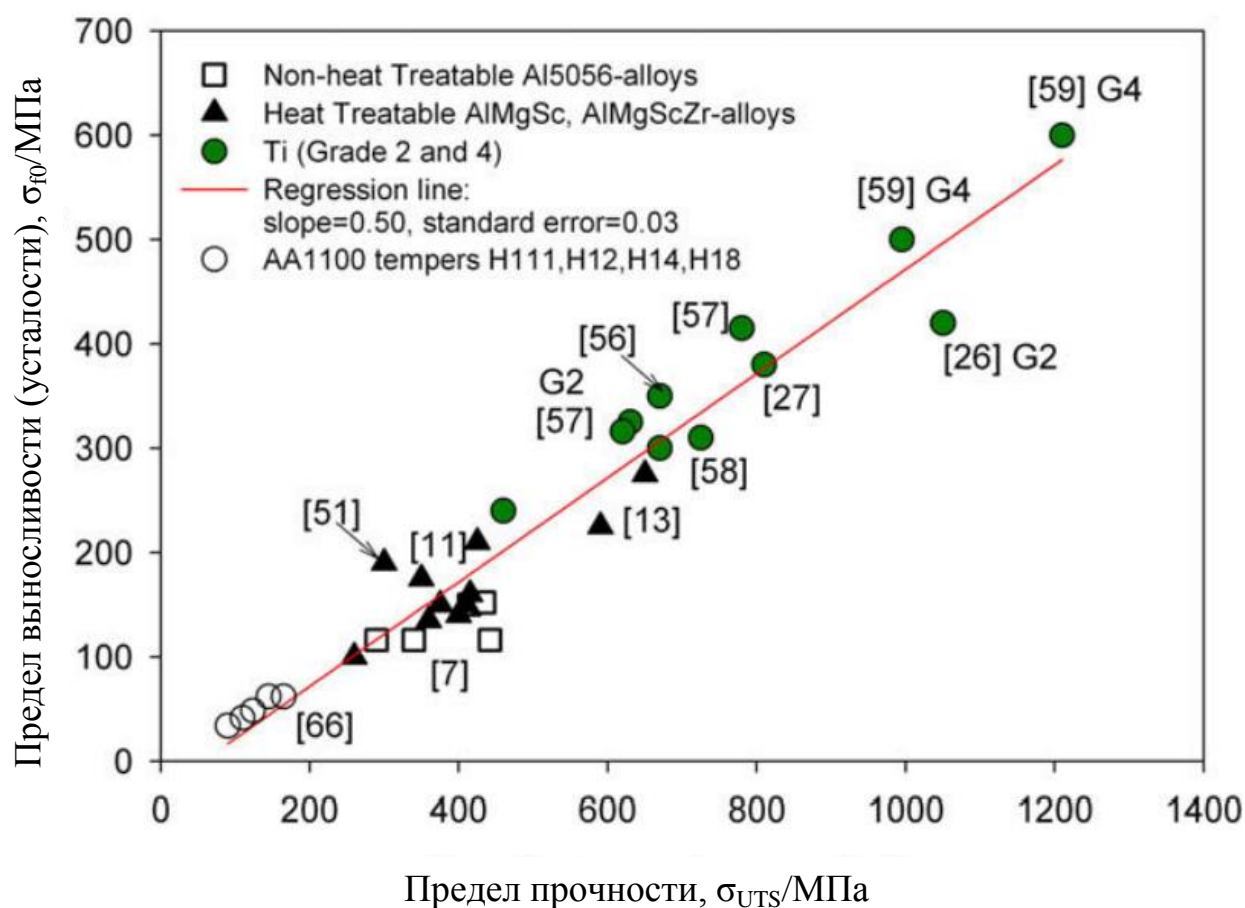


Рисунок 20 – Зависимость между пределом прочности на разрыв и пределом выносливости для легких сплавов [58]

Хотя характеристики ИПД материалов при статической нагрузке значительно улучшаются с уменьшением размера зерна, для многих легких сплавов свойства многоциклового усталости, в частности предел выносливости, не улучшаются в той же степени. Например, результаты усталостных испытаний для сплава A5056 [59,60] и некоторых сплавов al-mg-Sc [61, 62] хуже, чем результаты, полученные при обычной термомеханической обработке. Большинство наноструктурированных или ультрамелкозернистых легких сплавов, полученных с помощью ИПД, демонстрируют ту же тенденцию: их предел выносливости значительно выше, чем для крупнозернистого материала. Но, к сожалению, повышение усталостной прочности не так велико, как повышение прочности при монотонном нагружении. Таким образом, для крупнозернистых металлов

отношение предела выносливости к пределу прочности при растяжении обычно превышает 0,5, в то время как для УМЗ сплавов оно приблизительно равно 0,5 или даже ниже, что имеет место для многих алюминиевых сплавов, см. Табл. 1.

Таблица 1 Механические свойства легких сплавов с УМЗ структурой полученной методом ИПД [58].

Материал	Метод обработки	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{URS}$ , МПа		$\sigma_{f0}$ , МПа
Без термообработки					
AZ31	Тиксоформовка	50	170	10	40
	Горячая прокатка 370°C	175	277	21	95
	Горячая прокатка + РКУП 4 <sub>Вс</sub> 200°C	115	251	27	95
	Заковки без полиморфного превращения + закалка, РКУП 4 <sub>Вс</sub> 320-200°C	180	286	9,4	40
AA 1050	H111	28	70	40	28
	РКУП 8 <sub>Вс</sub>	-	-	-	52
Al-2Mg <sup>c</sup>	H111	-	-	-	100
	РКУП 8 <sub>Вс</sub>	-	-	-	125
AA 5056	H111	122	290	43	116
	H38	345	314	15	152
	H18	407	434	10	152
	РКУП 4 <sub>С</sub> 150°C	280	340	25	116
	РКУП 8 <sub>Вс</sub> 110°C	392	442	7	116
Термообработанные сплав алюминия					
AA6061	H111	150	270	48	40
	T6	276	310	12	50
	T6	-	-	-	97
	Заковки без полиморфного превращения + РКУП 1 125°C	310	375	20	80
	Заковки без полиморфного превращения +	380	425	20	<60

	РКУП 4 <sub>Вс</sub> 125°С				
AA 2124	T851	455	492	7,2	125
	T851+РКУП 8 <sub>Вс</sub> с противодавлением	330	602	7,2	290
Al-4Mg-0.3Sc	Горячая протяжка	315	415	17	160
Al-5.2Mg-0.32Mn- 0.25Sc	Горячая прокатка	240	375	29	150
Al-1.5Mg-0.2Sc-Zr	Закалки без полиморфного превращения + РКУП 8 <sub>Вс</sub> 150°С	340	360	13	135
Al-3.0Mg-0.2Sc-Zr	Закалки без полиморфного превращения + РКУП 6 <sub>Вс</sub> 150°С	370	400	15	140
Al-4.5Mg-0.2Sc-Zr	Закалки без полиморфного превращения + РКУП 6 <sub>Вс</sub> 160°С	230	410	29	150
Al-6.0Mg-0.2Sc-Zr	Закалки без полиморфного превращения 460°С 24ч. + РКУП 4 <sub>Вс</sub> 320°С	240	260	8	100
Al-5.7Mg- 0.32Sc-0.4Mn	Закалки без полиморфного превращения 460°С 24ч. + РКУП 8 <sub>с</sub> 325°С	280	300	8	190
AA6106d + 0.1Zr	Закалки без полиморфного превращения + старение 190 °С 4ч.	250	350	23	175
	Закалки без полиморфного превращения + РКУП 4 +старение 190°С 4ч.	570	590	9	225
AA 6106d + 0.1Zr + 0.5Sc	Закалки без полиморфного превращения + старение 190°С 2ч.	375	425	16	210



	Закалки без полиморфного превращения + РКУП + старение 190°С 2ч.	625	650	8	275
Ti (grade 2)	Холодная прокатка	380	460	26	240
	РКУП 8 <sub>Вс</sub> 400°С	640	810	15	380
	РКУП 8 <sub>Вс</sub> 400°С + холодная прокатка + отжиг 300°С 1ч.	970	1050	8	420
	РКУП 6 <sub>Вс</sub> 420°С	630	670	32	350
	РКУП 4 <sub>А</sub> 360°С	610	780	22	415
	РКУП 4 <sub>А</sub> 360°С	600	630	26	325
Ti (grade 4)	РКУП 4 <sub>СА</sub> 360°С	580	620	24	316
	РКУП 1350°С при противодавлении	620	670	11	300
	РКУП 2 <sub>А</sub> 350°С при протиодавлении	660	725	12	310
	РКУП 450-400 8 <sub>Вс</sub> + ковка 400-300°С + старение	860	995	14	500
	РКУП 8 <sub>Вс</sub> + ковка 400-300°С + протяжка	1060	1210	2	600
Ti-6Al-4V (grade 5)	Закалки без полиморфного превращения 950°С + старение 540°С	1100	1170	10	700
	Многоступенчатая ковка	1180	1300	7	700
	ИПД + отпуск	1270	1370	11	750
	ИПД	1340	1400	14	620

Более проблемными являются результаты при малоцикловых испытаниях: независимо от метода ИПД, используемого для получения УМЗ и нано-структуры в металлах, такие материалы неизменно уступают в своей способности выдерживать малоцикловые режимы нагрузки. Низкие характеристики малоциклового усталости ультрамелкозернистых и

наноструктурных металлов могут быть объяснены исходя из ограниченной пластичности при монотонной и циклической деформации, которая способствует раннему зарождению трещины, и большого количества границ зёрен, в ориентациях, благоприятных для распространения трещин в материале с более мелкой структурой. Наиболее успешный пример использования этой стратегии в сочетании с методиками ИПД продемонстрировали Р.З. Валиев с группой для Ti [62–64]. Начиная с обычной обработки равноканальным угловым прессованием коммерчески чистого Ti, эта группа разрабатывала всё более и более сложные режимы деформационного упрочнения, такие как холодный прокат, ковку и/или протяжка для преобразования остаточной пластичности после РКУП в прочность посредством дальнейшего измельчения зерна и/или дислокационного упрочнения.

Малоцикловые и многоцикловые режимы усталости принято различать по амплитуде приложенной нагрузки. Многоцикловые усталостные испытания соответствуют исследованию устойчивости материала к образованию трещины, в то время как испытания на малоцикловую усталость оценивает устойчивость материала к распространению трещины. Комбинируя эти два режима, общий диапазон нагружения  $\Delta_t$  принимается как сумма двух слагаемых - упругости  $\Delta_{el}$  и пластичности  $\Delta_{pl}$ , т.е.  $\Delta_t = \Delta_{el} + \Delta_{pl}$ . Эмпирическая формула связывает общую усталостную долговечность выраженной количеством циклов до разрушения  $N_f$  с диапазоном нагружения  $\Delta_t$  следующим образом:

$$\frac{\Delta \varepsilon_t}{2} = \frac{\sigma_f'}{E} 2N_f^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (*)$$

Первое и второе слагаемое в правой части этого уравнения соответствуют упругой и пластической составляющей полного диапазона нагружения;  $E$  - модуль Юнга,  $\sigma_f'$  - предел усталости (которая косвенно

связанна с пределом текучести и пределом прочности материала),  $b$  - экспонента Басквина,  $\varepsilon_f$  - коэффициент усталостной вязкости, а  $c$  - экспонента усталостной вязкости [58]. Следовательно, предел усталости при приведённой общей амплитуде нагружения выражается через четыре параметра материалов:  $\varepsilon_f$ ,  $\sigma_f$ ,  $c$  и  $b$ ; (очевидно, что обе экспоненты  $b$  и  $c$ , отрицательны.) Хотя прямая зависимость параметров  $\varepsilon_f$  и  $\sigma_f$  с пределом пластичности и пределом прочности при растяжении,  $\sigma_{UTS}$ , редко наблюдается в эксперименте, корреляция между этими парами величин действительно существует. При высоких амплитудах нагружения, соответствующих малой выносливости, в общей приложенной нагрузке преобладает компонент пластической деформации, а предел усталости определяется главным образом пластичностью. При высокой выносливости вклад упругой деформации значительно выше, чем пластической, а предел выносливости определяется пределом прочности (см. рис. 18) [65]. Как упоминалось ранее, в большинстве случаев, самые высокие показатели прочности достигаются за счет пластичности, см. Таблица 1. процесс проектирования, направленный на улучшение усталостных свойств осложняется тем фактом, что на сегодняшний день нет общепринятых физических моделей, способных объяснить природу и предсказать значения четырех параметров  $\varepsilon_f$ ,  $\sigma_f$ ,  $c$  и  $b$ , в ур. 1 даже для структурно простых, чистых поликристаллов.

## 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРЕМЕНТОВ

### 2.1 Исследуемые материалы

В качестве исследуемых материалов использовали низколегированную углеродистую сталь 45, трубную сталь 09Г2С (сплавы с объёмно-центрированной кристаллической решёткой) и титановый деформируемый сплав ВТ6 (материал с гексагональной плотноупакованной кристаллической решёткой). В таблице 1 представлено процентное соотношение химических элементов, входящих в состав перечисленных сплавов.

Таблица 1 Химический состав исследуемых сплавов.

Химический элемент: Сплав:	Fe	C	Mn	Si	Ni	Cr	Cu	As	S	P	N	Ti	Al	Zr
Сталь 45	≈97	0,42 – 0,5	0,5 – 0,8	0,17 – 0,37	0,25	0,25	0,25	0,08	0,04	0,035	-	-	-	-
Сталь 09Г2с	≈96- 97	До 0,12	1,3 - 1,7	0,5 – 0,8	До 0,3	До 0,3	До 0,3	До 0,08	До 0,04	До 0,035	До 0,008			
ВТ6	До 0,3	До 0,1	-	До 0,15	-	-	-	-	-	-	До 0,05	86,49 – 91,2	5,3 – 6,8	До 0,3

Сталь 45 исследовали:

- в крупнозернистом (КЗ) состоянии после закалки ( $T_{зак.} = 850 \text{ } ^\circ\text{C}$  с  $t_{выд.} = 20 \text{ мин.}$  в солёную воду) и высокого отпуска ( $T_{отп.} = 550 \text{ } ^\circ\text{C}$  с  $t_{выд.} = 80 \text{ мин.}$ ).
- в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии после равноканального углового прессования. РКУП проводили по режиму:

закалка ( $T_{зак.} = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$  с  $t_{выд.} = 13$  мин. в воду) + средний отпуск ( $T_{отп.} = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$  с  $t_{выд.} = 2$  ч.) + РКУП ( $T_{РКУП} = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , маршрут  $V_c$ ,  $n=6$ ,  $\varphi = 120^{\circ}$ ).

Сталь 09Г2С исследовали:

- в исходном крупнозернистом (КЗ) горячекатаном состоянии (*горячекатаный прокат изготавливается после разогрева металла до температуры пластичности материала, выше 920 градусов, температурный режим поддерживается до конца процесса проката.*)

- в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии, полученном путем РКУП. Технология получения УМЗ состояния стали включала в себя: гомогенизирующий отжиг ( $T_{отж.} = 820\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{выд.} = 8$  часов, охлаждение медленное с печью до  $200 - 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) с последующей закалкой (образец помещали в нагретую до  $940\text{ }^{\circ}\text{C}$  печь, выдерживали в течение 20 минут, после чего образец быстро перемещался в емкость с солёной водой, где находился в постоянном движении (для предотвращения возникновения паровой рубашки) до остывания) + средний отпуск (образец помещали в печь, нагретую до  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , выдерживали в течение 6-ти часов, после истечения которых, его оставляли остывать в печи) + РКУП при  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 4 прохода по маршруту  $V_c$  (после каждого прохода, прутки поворачиваются на  $90^{\circ}$  по часовой стрелке вдоль оси цилиндра), угол между каналами  $\varphi = 120^{\circ}$  + дополнительный отжиг ( $T_{отж.} = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$  с  $t_{выд.} = 10$  мин.).

Титановый сплав ВТ6 исследовали:

- в исходном горячекатаном состоянии.
- после РКУП по режиму: гомогенизирующий отжиг + закалка ( $T_{зак.} = 960\text{ }^{\circ}\text{C}$  с  $t_{выд.} = 15$  мин. в воду) + отпуск ( $T_{отп.} = 675\text{ }^{\circ}\text{C}$  с  $t_{выд.} = 4$  ч.) + РКУП ( $T_{РКУП} = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ , маршрут  $V_c$ ,  $n=6$ ,  $\varphi = 120^{\circ}$ ).

## 2.2 Исследование микроструктуры образцов

Исследование УМЗ структуры проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM 2100 (рис. 4) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Микроструктуры КЗ образцов исследовали стереоскопическом микроскопе Zeiss Stemi 200 (рис. 5), а также в сканирующем электронном микроскопе Zeiss Sigma (рис. 6). Подготовка образцов включала следующие этапы:

- Запрессовка образцов в пластиковые шайбы;
- Шлифовка образцов на шлифовально-полировальном станке Struers LaboPol-25 (рис. 7). Шлифование выполняли в 4 — 6 заходов с подачей воды, причем при каждом заходе уменьшалась зернистость шлифовального материала и проворачивался образец на 90° вдоль оси, перпендикулярной плоскости шлифования. Были использованы шлифовальной шкурки с размером зерна соответствующим маркировкам ISO-6344:
  - для стали 45: P240, P400, P800, P2500;
  - для стали 09Г2С: P240, P400, P800, P2500;
  - для ВТ6: P240, P400, P800, P2500.
- Полировка на войлочном диске с суспензией DiaPro MD-Mol (алмазная суспензия на водной основе с размером абразивных включений 3 мкм)
- Полировка на суконном диске с суспензией DiaPro MD-Nap (алмазная суспензия на водной основе с размером абразивных включений 1 мкм)
- Травление образца проводится путём окунания его в травитель, с выдержкой в 2-5 сек., с последующей промывкой в воде и спирте.
  - для стали 45: 4% раствор азотной кислоты в спирте;
  - для стали 09Г2с: 4% раствор азотной кислоты в спирте;

- для ВТ6: 4% раствор азотной кислоты в спирте.



Рисунок 21 – JEM-2100F универсальный 200кВ просвечивающий электронный микроскоп с термополевой пушкой Шоттки.



Рисунок 22 – Стереоскопический микроскоп Zeiss Stemi 2000.



Рисунок 23 – Сканирующий электронный микроскоп Zeiss Sigma.



Рисунок 24 – Шлифовально-полировальный станок Struers LaboPol-25.



### 2.3 Испытания на твердость

Замеры твёрдости проводили на твердомере Time Group ТН-300 (рис.2.5).

- для стали 45 методом Роквелла: КЗ – Алмазным конусом с углом  $120^\circ$  при вершине и нагрузкой 150 кгс (HRC), УМЗ – по аналогичной методике;
- для стали 09Г2с методом Роквелла: КЗ – Шариком диаметром 1/16 дюйма из карбида вольфрама 100 кгс (HRB), УМЗ – по HRC;
- для ВТ6 методом Роквелла: КЗ – по HRC, УМЗ – по HRC;



Рисунок 25 – Твердомер Time Group ТН-300.

## 2.4 Статическое растяжение

Статическое растяжение цилиндрических образцов с диаметром 5 мм проводили на универсальной испытательной установке Tinius Olsen H50KT (рис. 9). Скорость растяжения – 5 мм/мин, при комнатной температуре (20 °С) и в среде жидкого азота (-196 °С).



Рисунок 26 – Статическая испытательная машина Tinius Olsen H50KT.

Методика испытаний при комнатной температуре следующая:

1. Предварительная «подготовка установки к испытаниям (загрузка необходимой программы, ввод первичных данных);
2. Установка» [66] образца в оснастку разрывной машины;
3. Установка тензометрического датчика;
4. Растяжение образца;
5. Извлечение «разрушенного образца»;
6. Повторить пункты 2-5 для каждого образца;
7. По полученным данным построить график и проанализировать его» [66].

Испытания при температуре  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  проводились по следующей методике:

1. Предварительная «подготовка установки к испытаниям (загрузка необходимой программы, ввод первичных данных);
2. Установка сосуда для жидкого азота на оснастку;
3. Установка образца в оснастку разрывной машины;
4. Наполнение сосуда жидким азотом
5. Выдержка образца в среде жидкого азота в течение 5-7 минут» [66], с периодическим пополнением «сосуда;
6. Установка оснастки на разрывную машину;
7. Растяжение образца;
8. Снятие оснастки и слив жидкого азота;
9. Извлечение разрушенного образца;
10. Повторить пункты 2-9 для каждого образца;
11. По полученным данным построить график и проанализировать его» [66].

## 2.5 Усталостные испытания

Испытание на усталость образцов толщиной 10 мм проводили по схеме трехточечного изгиба согласно ГОСТ 25.506-85 на установке Instron 8802 (рис. 10).



Рисунок 27 – Динамическая испытательная машина Instron 8802

Образцы имели призматическую форму в соответствии с параметрами для образцов 4-го типа (Рисунок 28).

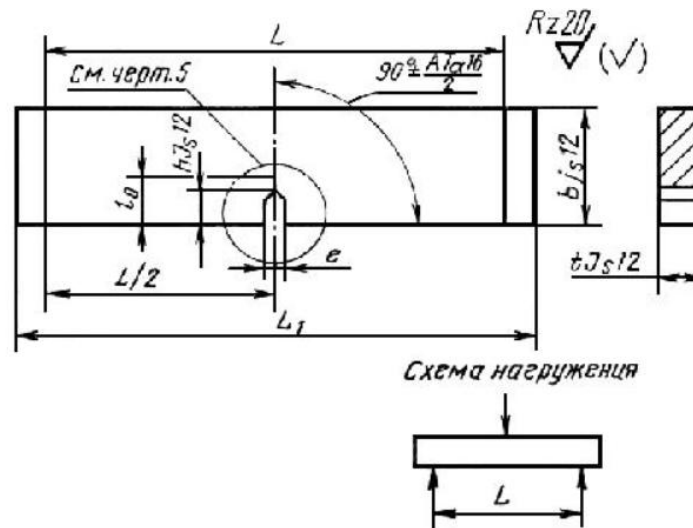


Рисунок 27 – схема образца в соответствии с ГОСТ 25.506-85, где  $L$  – расстояние между опорами = 80 мм;  $b = 20$  мм = 2;  $l_0 = (0,45 - 0,55)b$ ;  $e \leq 0,06b$ ;  $L_1 = 4b + 0,5b$ ;  $h \approx (0,35b - 0,50)b$ .

Образцы испытывали при различных нагрузках для построения полного прямолинейного участка на графике  $da/dN$  от  $\Delta K$  описываемого уравнением Периса:

- для стали 45: КЗ – 3500Н, 4500Н, 5500Н; УМЗ – 3500Н, 4500Н, 5500Н, 6000Н;
- для стали 09Г2С: КЗ – 3000Н, 3500Н, 4500Н; УМЗ – 3500Н;
- для ВТ6: КЗ – 2500Н, 3500Н, 4500Н; УМЗ – 2000Н, 2500Н, 3500Н;

Остальные параметры  $\square = 10$  Гц,  $R = 0,1$  были не изменены.

## 2.6 Исследование изломов

Макростроение изломов исследовали визуально;

Микрофрактографические исследования изломов проводили в РЭМ SIGMA фирмы «ZEISS» (рис. 23).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

### Сталь 45

Средний размер зерна и механические свойства стали 45 представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Средний размер зерна и механические свойства стали 45

Состояние стали	$d_{\text{ср.}}$ , мкм	HRC	$\sigma_{\text{в}}$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %
Закалка + высокий отпуск	10	31	985	839	8
После РКУП	0,56	37	1171	1064	5

Из таблицы 3 видно, что с уменьшением нагрузки ( $\Delta P$ ) общая долговечность образцов ( $N$ ) и относительное количество циклов до зарождения усталостной трещины ( $N_3$ ) в образцах «из стали, как после закалки и высокого отпуска, так и после РКУП» [66] возрастают. Причем, состояние стали на характеристику ( $N_3$ ) практически не оказывает влияние.

Таблица 3 – Общая долговечность образцов до разрушения ( $N$ ) и относительное количество циклов до зарождения усталостной трещины ( $N_3$ ) в образцах из стали 45

$\Delta P$ , н		3500	4500	5500	6000
$N$ , цикл	Закалка + отпуск	$1,33 \cdot 10^5$	$5,89 \cdot 10^4$	$3,58 \cdot 10^4$	-
	После РКУП	$1,31 \cdot 10^5$	$5,28 \cdot 10^4$	$2,90 \cdot 10^4$	$2,40 \cdot 10^4$
$N_3$ , %	Закалка + отпуск	21	18	17	-
	После РКУП	21	17	17	15

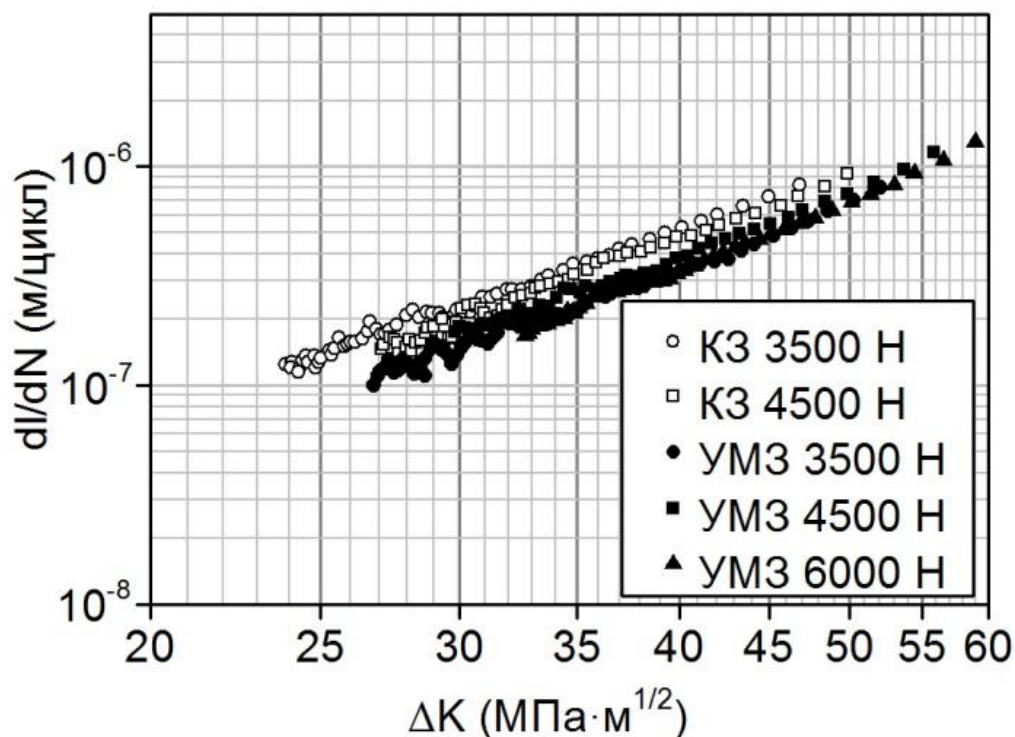


Рисунок 28 – Прямолинейный участок кинетических диаграмм усталостного разрушения стали 45

Из «анализа прямолинейного участка кинетических диаграмм усталостного разрушения показал (рис. 28), следует что при одном и то же значении  $\Delta K$  скорость распространения усталостной трещины» [67] в УМЗ стали несколько ниже, чем в КЗ стали, что благоприятно с позиции конструктивной прочности. Данные участки кинетических диаграмм аппроксимируются уравнением Пэриса: для КЗ стали 45  $dl/dN = 1,46 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,8}$ , а для УМЗ стали  $dl/dN = 5,47 \cdot 10^{-9} \Delta K^{3,0}$ .

Выводы:

1. При одинаковых условиях усталостного нагружения образцов из стали 45 общая долговечность образцов и относительное количество циклов до зарождения усталостной трещины ( $N_3$ ), «как после закалки и высокого отпуска, так и после РКУП» [66] возрастают. Причем, состояние стали на характеристику ( $N_3$ ) не оказывает влияния.



2. При одном и то же значении  $\Delta K$  скорость распространения усталостной трещины в стали 45 после РКУП несколько ниже, чем в стали после закалки и высокого отпуска.

3. «Прямолинейный участок кинетических диаграмм усталостного разрушения стали 45» [67] в КЗ и в УМЗ состоянии описывается уравнением Пэриса, соответственно,  $dl/dN = 1,46 \cdot 10^{-8} \Delta K^{2,8}$  и  $dl/dN = 5,47 \cdot 10^{-9} \Delta K^{3,0}$ .

## Сталь 09Г2С

Исследуемая малоуглеродистая трубная сталь 09Г2С имеет хим. состав указанный в табл. 10.

Таблица 10 – Химический состав стали 09Г2С (в % по массе) [67]

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	Cu	Fe
0,09	0,64	1,26	0,007	<0,003	0,1	0,08	0,02	0,14	Ост.

В КЗ состоянии Сталь 09Г2С имеет сравнительно низкую твердость, прочность и высокую пластичность (табл. 5). После равноканального углового прессования твердость повысилась 1,6 раза, предел прочности возрос в 1.3 раза и предел пропорциональности – в 1,7 раза, а пластичность снизилась в 2 раза.

Таблица 5 – Механические свойства стали 09Г2С в различном состоянии [67]

Состояние стали	d <sub>ср.</sub> , мкм	НВ	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ, %
Исходное состояние	15	143	485	354	20
После РКУП	0,6	331	838	655	10

Проанализировав «прямолинейный участок на кинетических диаграмм усталостного разрушения (рис. 29)» [67] можно сказать, что при сопоставимом значении ΔK скорость роста усталостных трещин в стали 09Г2С, имеющий ультрамелкозернистую структуру, ниже, чем в аналогично стали с крупнозернистой структурой, что положительно влияет на конструктивную прочность этой стали. Упомянутые выше прямые участки «на кинетических диаграммах усталостного разрушения аппроксимируются уравнениями Пэриса» [67]  $dl/dN=C(\Delta K)^n$ :

- для стали в исходном (КЗ) состоянии:

$$dl/dN=2,8 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3,5}$$

- для стали после РКУП в УМЗ состоянии:

$$dI/dN = 3,4 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3,1}$$

Можно заметить, что для стали, прошедшей РКУП, коэффициент  $n$  в уравнении ниже, чем для исходной стали. Таким образом, можно сделать вывод, что сталь с ультрамелкозернистой структурой менее восприимчива к перегрузкам.

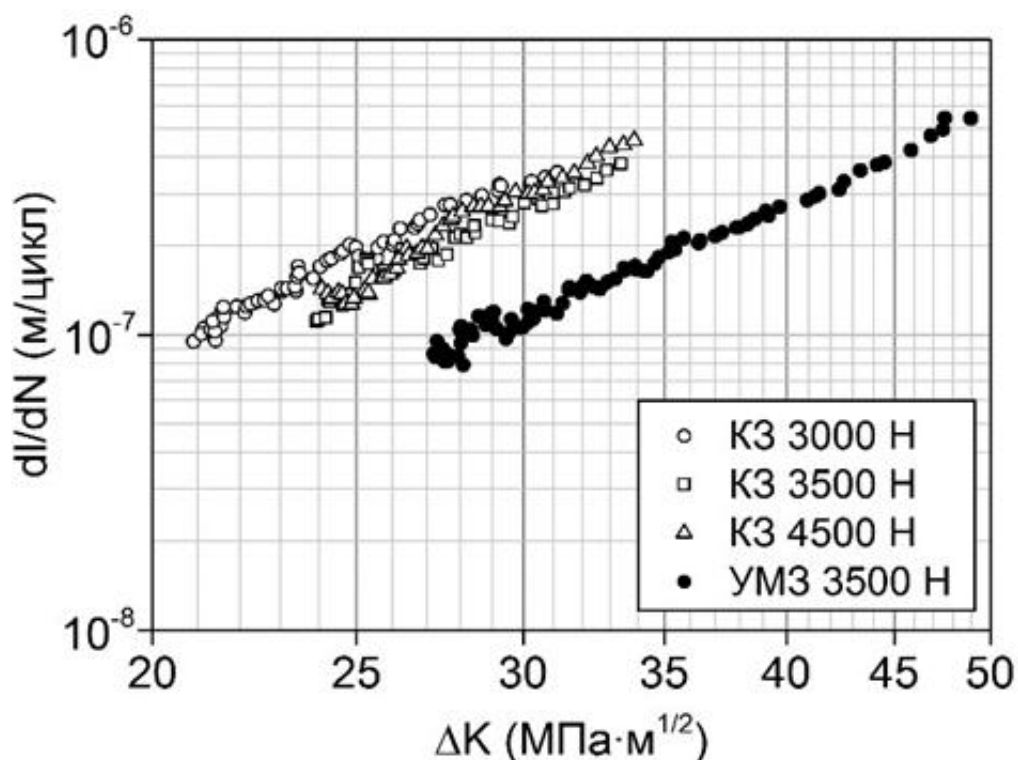


Рисунок 29 – «Прямолинейные участки кинетической диаграммы усталостного разрушения стали 09Г2С в исходном (КЗ) состоянии (светлые точки) и после РКУП в УМЗ состоянии (темные точки)» [67].

«Микрорельеф зоны усталостного развития трещины в изломах стали 09Г2С в исходном КЗ состоянии состоит преимущественно из кристаллографически ориентированных усталостных бороздок и расположенных параллельно им вторичных трещин. Ближе к зоне долома бороздки чередуются с микрорельефом, характерным для статического разрушения стали. В зоне усталостного развития трещины в стали с УМЗ структурой (после РКУП) бороздки просматриваются» [67] нечетко, «однако хорошо видны вторичные трещины, количество которых возрастает вблизи

долома. Зона долома в усталостных изломах стали 09Г2С, независимо от состояния стали, имеет ямочный микрорельеф» [67].

Выводы:

«Уравнения Периса, характеризующие прямолинейные участки кинетических диаграмм усталостного разрушения стали 09Г2С имеют следующий вид:

- для стали в исходном КЗ состоянии  $dl/dN=2,8 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3,5}$ ;
- для стали в УМЗ состоянии:  $dl/dN=3,4 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3,1}$ .

«Поверхность усталостных изломов стали 09Г2С в зоне развития трещины, как в крупнозернистом, так и в ультрамелкозернистом состоянии состоит преимущественно из кристаллографически ориентированных усталостных бороздок и расположенных параллельно им вторичных трещин. Зона долома, в обоих случаях отличается наличием ямочного микрорельефа.

## BT6

Результаты исследования титанового сплава BT6 (5,95 % V; 5,01 % Al; 89,05 % Ti) показали, что при одинаковых режимах нагружения долговечность титанового сплава BT6 с крупнозернистой структурой выше, чем для аналогичного сплава, прошедшего равноканальное угловое прессование, и имеющего ультрамелкозернистую структуру. Уравнения Периса, характеризующие прямолинейные участки кинетических диаграмм усталостного разрушения (рис.30) имеют следующий вид:

Для КЗ титанового сплава BT6 уравнение Периса:

$$dl/dN = 7,6 \cdot 10^{-12} (\Delta K)^{3,6}$$

Для УМЗ титанового сплава BT6 уравнение Периса:

$$dl/dN = 2,5 \cdot 10^{-11} (\Delta K)^{3,3}$$

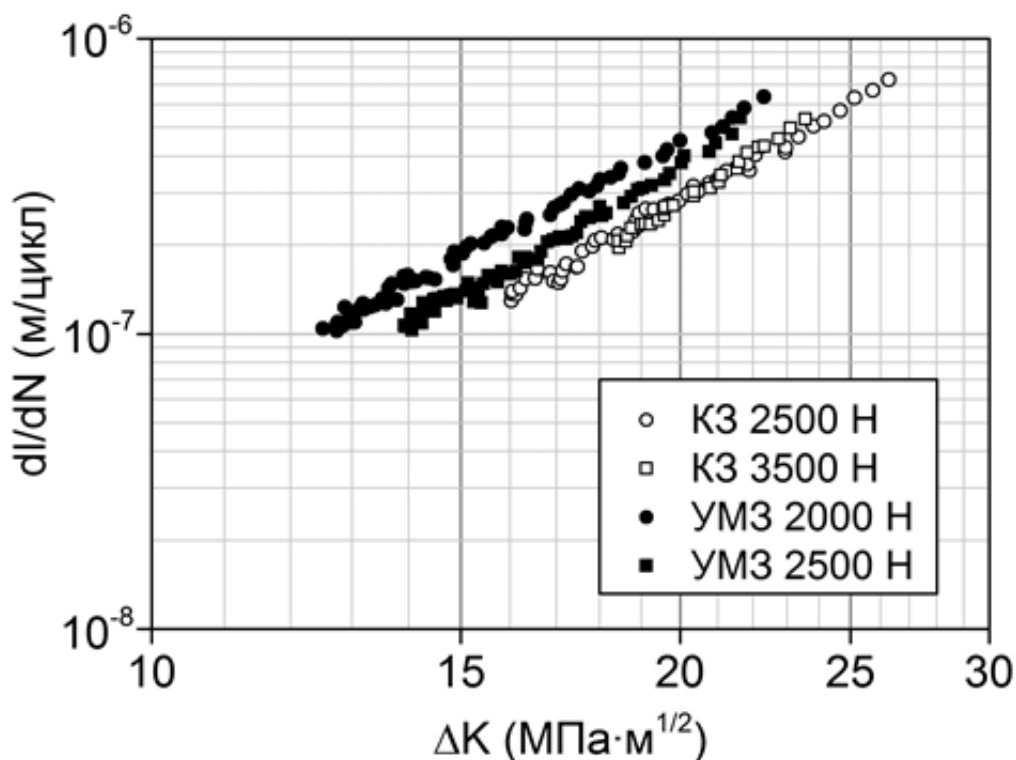


Рисунок 30 – Прямолинейные участки кинетической диаграммы усталостного разрушения сплава ВТ6 в исходном (КЗ) состоянии (светлые точки) и после РКУП в УМЗ состоянии (темные точки).

«При одном и том же значении  $\Delta K$  скорость распространения усталостной трещины в сплаве с УМЗ структурой несколько выше, чем в исходном сплаве. Однако коэффициент  $n$  в уравнении Пэриса для сплава с УМЗ структурой ниже, чем для сплава с КЗ структурой. Следовательно, сплав с УМЗ структурой менее чувствителен к перегрузкам» [67].

«Микрорельеф усталостных изломов образцов как в КЗ, так и в УМЗ состоянии, характеризуется как «чешуйчатый»; видны фасетки циклического скола. На начальных стадиях развития усталостной трещины чешуйки сравнительно гладкие; вблизи зоны долома видны усталостные бороздки. Долом образцов, независимо от состояния сплава, происходит с образованием гладких ямок» [67].

Выводы:

1. «При идентичных условиях нагружения долговечность крупнозернистого титанового сплава ВТ6 в выше, чем для аналогичного сплава в ультрамелкозернистом состоянии.

2. Прямолинейный участок на кинетических диаграммах усталостного разрушения сплава ВТ6 аппроксимируется уравнением Пэриса:

для КЗ состояния 
$$dl/dN = 7,6 \cdot 10^{-12} (\Delta K)^{3,6}, \text{ а}$$

для УМЗ состояния 
$$dl/dN = 2,5 \cdot 10^{-11} (\Delta K)^{3,3},$$

что позволяет утверждать, что сплав с УМЗ структурой менее чувствителен к перегрузкам.

3. Микрорельеф в очаге разрушения образцов из сплава в КЗ состоянии характеризуется как «чешуйчатый»; видны фасетки циклического скола. Вблизи зоны долома видны усталостные бороздки. Долом образцов,

независимо от состояния сплава, происходит с образованием гладких ямок»  
[67].

## СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Bridgman P. W. Polymorphism, principally of the elements, up to 50,000 kg/cm<sup>2</sup> / Bridgman P. W. // *Physical Review*. – 1935г. – №. 11. – С. 893.
2. Кручение под квазигидростатическим давлением. – Режим доступа: <https://ru.wikipedia.org/>
3. Bulk Nanostructured Metallic Materials: Production, Structure and Properties / R.Z. Valiev, I.V. Aleksandrov // – Moscow: Akademkniga. 2007. 398 p.
4. V.M. Segal. Processes of Metal Structure Formation upon Plastic Deformation/ V.M. Segal, V.I. Reznikov, V.I. Kopylov et al // *Navuka i Tekhnika*. – 1994. – 232 p.
5. P.B. Prangnell. Finite element modelling of equal channel angular extrusion/ P.B. Prangnell, C. Harris, S.M. Roberts // *Scripta Materialia*. – 1997. – Volume 37, Issue 7, 983-989 p.
6. Cui, H. J. The three dimensional simulation of flow pattern in equal-channel angular extrusion/ Cui, H. J., R. E. Goforth, and K. T. Hartwig // *JOM-e* 50.8. – 1998. – 1-5 p.
7. Wu, Y. An experimental study of equal channel angular extrusion / Wu, Y., I. Baker // *Scripta Materialia*. – 1997. – 37.4. – 437-442 p.
8. Rosochowski. Metal forming technology for producing bulk nanostructured metals / Rosochowski, A., L. Olejnik, M. Richert. // *Steel grips*. – 2. – 2004. – 35-44 p.
9. Рыбальченко О. В. Влияние интенсивной пластической деформации на структуру, механические и служебные свойства стали 08х18н10т. – Москва, 2014.
10. Iwahashi, Y. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing / Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // *Acta Mater*. -1997. -V. 45. -P. 4733–4741.



11. Iwahashi, Y. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials / Iwahashi Y., Wang J., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Scripta Materialia. -1996. -V. 35. -№ 2. -P. 143 - 146.
12. T.C. Lowe. Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation / T.C. Lowe, R.Z. Valiev. – Kluwer: The Netherlands, 2000.
13. Nakashima, K. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal channel angular pressing / K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon// Acta Mater. -1998. -V.46. -1589 p.
14. Furukawa, M. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing / Furukawa M., Iwahasi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.// Mater.Sci.Eng. A. 1998.V. 257. 328-332 p.
15. Semenova, I.P. Enhanced fatigue properties of ultrafine-grained Ti rods processed by ECAP-Conform / Semenova I.P., Polyakov A.V., Raab G.I., Lowe T.C., Valiev R.Z. // Journal of Materials Science. -2012.-V.47. 7777 p.
16. Nemoto M. Equal-channel Angular Pressing: A Novel Tool for Microstructural Control / Nemoto M, Horita Z, Furukawa M, Langdon // Metals and Materials International – 1998. – 4(6). – 1181–1190 p.
17. Furukawa M. Review: Processing of Metals by Equal-channel Angular Pressing / Furukawa M, Horita Z, Nemoto M. // Journal of Material Science – 2001. – 36(10). – 2835–2843 p.
18. Маркушев, М.В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов / М. В. Маркушев // Письма о материалах. – 2011. – Т. 1, - Вып. 1. – С. 36-42.
19. Равноканальное угловое прессование (РКУП) [Электронный ресурс] / — Электрон. журн. – Режим доступа: <http://www.nanospd.ru/ecap.html>, свободный
20. Kamaletdinov I. Development and investigation of the mathematical model of equal channel angular pressing process / Kamaletdinov I., Dr. Yusupov V., Dr. Biba N. // Russian Academy of Sciences. – Moscow.

21. Кузьминова Ю. О. Моделирование процесса всестороннейковки стали аустенитного класса // Новые информационные технологии в автоматизированных системах. 2014. №17.
22. Технологии изготовления объемных и листовых наноструктурных полуфабрикатов из металлов и сплавов [Электронный ресурс] / — Электрон. журн. – Режим доступа: <http://www.imsp.ru/node/42>
23. М.А. Полякова. Особенности формирования ультрамелкозернистой структуры и механических свойств проволоки после непрерывного метода деформационного наноструктурирования / М.А. Полякова, А.Е. Гулин, О.А. Никитенко, Д.В. Константинов, М.С. Жербцов // Сталь. – 2014. – 5. – С.93-96.
24. Р. К. Исламгалиев Структура и свойства ультрамелкозернистой мартенситной стали / Р. К. Исламгалиев, А. В. Ганеев, М. А. Никитина, М. В. Караваева // Вестник УГАТУ. – 2016. - №3. – С.73.
25. Полякова В. В. Особенности структуры и механические свойства ультрамелкозернистого сплава ti-6al-7nb для медицинских применений. – Уфа. – 2015. – С.154.
26. Нестеров К. М. Прочность и электропроводность ультрамелкозернистого медного сплава системы Cu-Cr / Нестеров К. М. Исламгалиев Р. К., Валиев Р. З. // Вестник УГАТУ. – 2012. –№8 – С.53.
27. Hall, E. O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results / E. O. Hall // Proceedings of the Physical Society. – 1951. – В 64. – P. 747-753.
28. Хоникомб, Р. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб. - М.: Мир, 1972. - 408 с. 91.
29. Armstrong, R.W. 60 Years of Hall-Petch: past to present nano-scale connections / R. W. Armstrong // Materials Transactions. – 2014. – Vol. 55. – No. 1. – P. 2-12.

30. Поляков А. В. Эволюция микроструктуры титана Grade 4 с изменением степени деформации при ркуп-mnform / Поляков А.В., Гундеров Д. В., Рааб Г. И., Сошникова Е. П. // Вестник УГАТУ. – 2011. – №1 – С. 41.
31. Металлофизика высокопрочных сплавов: [Учеб. пособие для вузов по спец. "Физика металлов"] / М. И. Гольдштейн, В. С. Литвинов, Б. М. Бронфин. - М.: Металлургия, 1986. – 310 с.
32. Малыгин, Г. А. Пластичность и прочность микро- и нанокристаллических материалов / Малыгин Г. А. // Физика твердого тела. – 2007. – том 49. - вып. 6. - С. 961-982.
33. Armstrong, R.W. The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials / R. W. Armstrong // Metallurgical and Materials Transactions. – 1970. – Vol. 1. – Issue 5. – P. 1169-1176.
34. Сверхмелкое зерно в металлах: сб. ст.: пер. с англ. / ред. Л. К. Гордиенко. – М.: Металлургия, 1973 . – 383 с.
35. Ashby, M. F. The deformation of plastically non-homogeneous materials / M. F. Ashby // Philosophical Magazine. – 1970. – V. 21. - Issue 170. – P. 399-424.
36. Bobylev, S.V. Theoretical models of dislocation emission from grain boundaries in deformed nanocrystalline materials / S.V. Bobylev // Materials Physics and Mechanics. – 2011. – 12. - № 1. – P. 126-160.
37. Nanostructured Materials: Processing, Properties and Applications / C. Koch (Editor). - William Andrew Publishing, 2006. – 784 p.
38. Длительная прочность, предел длительной прочности [Электронный ресурс] / — Электрон. журн. – Режим доступа: <https://lektsii.org/5-24590.html>.
39. Jang, J. S. C. The Hall-Petch relationship in nanocrystalline iron produced by ball milling / J. S. C. Jang, C. C. Koch // Scripta Metallurgica et Materialia. – 1990. – Vol. 24. – Issue 8. – P. 1599–1604.

40. Валиев, Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура, свойства / Р. З. Валиев, И.В. Александров - М. : ИКЦ «Академка».
41. Koch, C.C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals / C.C. Koch // *Scripta Mater.* – 2003. – vol. 49. – P. 657-662
42. Ovid'ko, I. A. Deformation and diffusion modes in nanocrystalline materials / I. A. Ovid'ko // *International Materials Reviews.* – 2005. – Vol. 50. Issue 2. - P. 65-82. 145 106.
43. Wolf, D. Deformation of nanocrystalline materials by molecular-dynamics simulation: relationship to experiments? / D. Wolf, V. Yamakov, S. R. Phillpot, A. Mukherjee, H. Gleiter // *Acta Materialia.* – 2005. – Vol. 53. – Issue 1. – P. 1-40.
44. Fan, G. J. A model for the inverse Hall–Petch relation of nanocrystalline materials / G. J. Fan, H. Choo, P. K. Liaw, E. J. Lavernia // *Materials Science and Engineering A.* – 2005. – 409. – P. 243-248.
45. Carlton, C. E. What is behind the inverse Hall–Petch effect in nanocrystalline materials? / C. E. Carlton, P. J. Ferreira // *Acta Materialia.* – 55. – P. 3749-3756.
46. Chokshi, A. H. On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials // A. H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter // *Scripta Metallurgica.* – 1989. - Vol. 23. – P. 1679-1684.
47. Dunstan, D. J. Grain size dependence of the strength of metals: The Hall–Petch effect does not scale as the inverse square root of grain size / D. J. Dunstan, A. J. Bushby // *International Journal of Plasticity.* – 2014. – Vol. 53. – P. 56–65.
48. Padmanabhan, K. A. Inverse Hall–Petch effect in quasi- and nanocrystalline materials / K. A. Padmanabhan, S. Sripathi, H. Hahn, H. Gleiter // *Materials Letters.* – 2014. – Vol. 133. – P. 151-154.

49. Salishchev, G. A. Evolution of microstructure and mechanical behavior of titanium during warm multiple deformation / G. A. Salishchev, S. V. Zherebtsov, R. M. Galeev // *Ultrafine Grained Materials II*, TMS. – 2003. – P. 123-131.

50. Salishchev, G. A. Development of Ti-6Al-4V sheet with low temperature superplastic properties / G. A. Salishchev, R. M. Galeev, O. R. Valiakhmetov, R. V. Safiulin, R. Y. Lutfullin, O. N. Senkov, F. H. Froes, O. A. Kaibyshev // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2001. – 116. – P. 265-268.

51. Zherebtsov, S. V. Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti6Al-4V billet by warm severe deformation processing / S. V. Zherebtsov, G. A. Salishchev, R. M. Galeev, O. R. Valiakhmetov, S. Yu. Mironov, S. L. Semiatin // *Scripta Mater.* – 2004. – 51. – P. 1147-1151.

52. Yapici, G. G. Microstructure and mechanical properties of severely deformed powder processed Ti-6Al-4V using equal channel angular extrusion / G. G. Yapici, I. Karaman, P. Luo, H. Rack // *Scripta Materialia*. – 2003. – 49. – P. 1021-1027.

53. Yapici, G. G. Microstructure and mechanical properties of severely deformed powder processed Ti-6Al-4V and Ti-6Al-4V/TiC metal matrix composite / G. G. Yapici, I. Karaman, Z. P. Luo // *In Proc.: Ultrafine Grained Materials III*, eds Y. T. Zhu, T. G. Langdon, R. Z. Valiev, S. L. Semiatin, D. H. Shin, T. C. Lowe. – 2004. – P. 433- 438.

54. Поляков А. В. Эволюция микроструктуры титана Grade 4 с изменением степени деформации при ркуп-mnform / Поляков А. В., Гундеров Д. В., Рааб Г. И., Сошникова Е. П. // *Вестник УГАТУ*. – 2011. – №1 – С.41.

55. Выносливость [Электронный ресурс] / — *Электрон. журн.* – Режим доступа: <http://sopromato.ru/soprotivlenie-ustalosti/vinoslivost>

56. Повреждение материалов в конструкциях: анализ, предсказание, предотвращение / Д. А. Коллинз; Перевод с англ. А. М. Васильева ; Под ред.

Э. И. Григолюка. - М. : Мир, 1984. - 624 с. : ил. - Библиогр. в конце глав. - Библиогр. примеч.: с. 607-614. -Предм. указ.: с. 615-619.

57. Y. Estrin Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview / Yuri Estrin, Alexei Vinogradov // International Journal of Fatigue. – 2009. – 32. – 898-907 p.

58. Markushev MM, Vinogradov A. In: Altan BS, editor. Severe plastic deformation: towards bulk production of nanostructured materials. USA: Nova Science Publ.; 2006. p. 233–47.

59. Patlan V. Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing / V.Patlan, A.Vinogradov, K. Higashi, K. Kitagawa. – Materials Science and Engineering: A. – V.300. – 2001. – P.171-182.

60. A. Vinogradov Fatigue life of fine-grain Al–Mg–Sc alloys produced by equal-channel angular pressing / A Vinogradov, A Washikita, K Kitagawa, V.I Kopylov// Materials Science and Engineering: A. – Volume 349. – 2003. – P.318-326.

61. Washikita A, Kitagawa K, Kopylov VI, Vinogradov A. In: Zhu YT, Langdon TG, Mishra RS, Semiatin SL, Saran MJ, Lowe TC, editors. Ultrafine grained materials II. TMS; 2002. p. 341..

62. Stolyarov VV, Alexandrov IV, Kolobov YuR, Zhu M, Zhu T, Lowe T. In: Wu XR, Wang ZG, editors. Fatigue'99, vol. 3. PR China: Higher Education Press; 1999. p. 1345.

63. A.Yu. Cyclic behavior of ultrafine-grain titanium produced by severe plastic deformation. / A.Yu. Vinogradov, V.V. Stolyarov, S. Hashimoto, R.Z. Valiev // Materials Science and Engineering: A. – V.318. – 2001. – P.163-173.

64. V. V. Stolyarov Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion / V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe, R. Z. Valiev // Materials Science and Engineering: A. – V.303. – 2001. – P.82-89.

65. V. V. Stolyarov Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling / V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T.

C. Lowe, R. Z. Valiev // *Materials Science and Engineering: A.* – V.343. – 2003. – P.43-50.

66. Засыпкин С.В. Статическая трещиностойкость стали 45 с ультрамелкозернистой структурой. – Тольятти, 2017. С.55

67. Клевцов Г.В. Кинетика усталостного разрушения материалов с УМЗ структурой / Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Ганеев А.В., Линдеров М.Л., Засыпкин С.В. // 60 Международная научная конференция "Актуальные проблемы прочности" : материалы конференции, Витебск, 14-18 мая 2018 года / УО "ВГТУ", ГНУ "Институт технической акустики НАН Беларуси". - Витебск, 2018. - С. 90-92.