

На правах рукописи



Малофеев Сергей Сергеевич

**ВЛИЯНИЕ МЕТОДОВ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ
ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВОВ СИСТЕМЫ
Al-Mg**

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка
металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

БЕЛГОРОД – 2016

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

Научный руководитель:

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

Официальные оппоненты:

Добаткин Сергей Владимирович, доктор технических наук, профессор, заведующей лабораторией, ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН», г. Москва;

Конкевич Валентин Юрьевич, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВПО «МАТИ – Российский государственный технологический университет им. К.Э.Циолковского», г. Москва.

Ведущая организация:

ФГБУН «Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН», г. Екатеринбург.

Защита состоится 30 марта 2017 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, ауд. А-305.

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

Автореферат разослан «__» _____ 2017 г.

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



С.И. Мухин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Термически неупрочняемые сплавы системы Al-Mg (5XXX серия по международной классификации и 15XX – по отечественной) с хорошими прочностными свойствами получили широкое распространение благодаря высокой коррозионной стойкости и свариваемости. В отожженном состоянии эти сплавы показывают низкий предел текучести, который варьируется от 90 до 160 МПа в зависимости от содержания магния. Соответственно, повышение прочностных характеристик Al-Mg сплавов является актуальной научной и технической задачей. Существует несколько способов достичь этой цели. Деформационно-термическая обработка (ДТО), которая включает в себя холодную прокатку или сочетание холодной деформации с последующим низкотемпературным стабилизирующим отжигом или высокотемпературным отжигом позволяет повысить прочность Al-Mg сплавов в 1,5-3 раза за счет дислокационного упрочнения. Однако, ДТО снижает пластичность. Методы интенсивной пластической деформации (ИПД), которые обеспечивают существенное измельчение зерен до субмикронного размера, такие как равноканальное угловое прессование (РКУП) или сварка/обработка трением с перемешиванием (СТП), способствует повышению прочностных характеристик сплавов системы Al-Mg за счет структурного упрочнения по закону Холла-Петча при сохранении достаточно высокой пластичности. Введение наночастиц вторых фаз, которые обеспечивают как дисперсионное упрочнение, так и уменьшают размер зерен, формирующихся при ИПД, приводит к повышению прочностных свойств сплава и увеличению его термической стабильности.

Кроме получения листов из сплавов Al-Mg с высокими прочностными свойствами, необходимо решить задачу производства неразъемных конструкций из них с близким к равнопрочному сварным соединением. Наиболее распространенным методом соединения сплавов Al-Mg является аргонодуговая сварка. Однако, этот способ сварки имеет смысл применять только для отожженного (после обработки H2X) состояния сплавов Al-Mg, поскольку упрочнение, достигнутое либо измельчением зерна, либо ДТО, полностью снимается. При соединении упрочненных листов между собой с использованием сварки плавлением в сварном шве формируется дендритная структура, что приводит к снятию наклепа и существенному увеличению размера зерен, а также имеет место укрупнение наночастиц вторых фаз.

Использование СТП, которая основана на ИПД при повышенной температуре, позволяет решить эту проблему. Максимальная температура материала в процессе СТП не превышает 500°C, а время воздействия исчисляется минутами. При определенных режимах влияние СТП на частицы вторых фаз может быть минимизировано, что позволяет сохранить высокие прочностные свойства в сварных соединениях. Кроме того, в сварном шве формируется мелкозернистая или ультрамелкозернистая структура (УМЗ), которая обеспечивает высокие механические свойства. В зависимости от режима СТП прочность шва в термически неупрочняемых сплавах может не только достигать прочности основного материала в отожженном состоянии, но и превосходить его. Сочетание использования упрочненных листов методом либо ДТО, либо с использованием РКУП со СТП позволяет создать технологию производства высокопрочных сварных конструкций из Al-Mg сплавов, что имеет важное практическое значение. Экспериментальные и теоретические исследования влияния ИПД на структуру и механические свойства как полуфабрикатов, так и сварных швов, полученных методом СТП, для Al-Mg сплавов позволяют установить механизмы образования новых зерен в процессе РКУП и механизмов, ответственных за повышение предела текучести за счет формирования мелкозернистой и УМЗ структуры. Это позволяет существенно расширить научные представления в области физического материаловедения Al-Mg сплавов.

На основании вышеописанного были сформулированы цели и задачи исследования.

Цель работы – изучить влияние двух методов интенсивной пластической деформации (ИПД) на структуру и механические свойства двух сплавов системы Al-Mg: 1561 и 1570С.

Для достижения поставленной цели решались следующие частные **задачи**:

1. Изучить влияние размера и формы частиц вторых фаз, а также их природы и типа межфазных границ на эволюцию структуру и механические свойства в процессе деформации методом РКУП при повышенной температуре ($T_D \sim 0,65 T_{пл}$).
2. Выявить механизм формирования ультрамелкозернистой структуры при интенсивной пластической деформации при повышенной температуре.
3. Установить влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сварных соединений листов с крупнозернистой, мелкозернистой и ультрамелкозернистой исходной структурой.

4. Установить механизмы, ответственные за упрочнение при формировании мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры в процессе РКУП и СТП.

Научная новизна.

1. Показано, что при равноканальном угловом прессовании при $\sim 0,65T_{пл}$ формирование ультрамелкозернистой структуры происходит по механизму непрерывной динамической рекристаллизации. Особенностью этого механизма в сплаве 1570С является формирование сетки малоугловых границ за счет образования нескольких семейств деформационных микрополос, границы которых способны увеличивать свою разориентировку с высокой скоростью и трансформироваться в большеугловые границы. Наночастицы вторых фаз предотвращают миграцию как малоугловых, так и большеугловых границ, что имеет критически важное значение для формирования ультрамелкозернистой структуры.

2. Установлено, что увеличение прочности сплавов системы Al-Mg при равноканальном угловом прессовании при 300°C происходит за счет дислокационного и зернограничного упрочнений. Вклад в зернограничное упрочнение вносят наряду с большеугловыми границами малоугловые границы с углом разориентировки от 2° до 15°. Дислокационное упрочнение обусловлено исключительно свободными решеточными дислокациями.

3. Показано, что сварка трением с перемешиванием сплавов системы Al-Mg как в крупнозернистом состоянии, так и в мелкозернистом и ультрамелкозернистом состояниях, позволяет получать бездефектное сварное соединение с коэффициентом прочности 92-98%. Высокие прочностные свойства в сварном соединении связаны с формированием полностью рекристаллизованной равноосной мелкозернистой структуры, что обеспечивает структурное упрочнение.

4. Установлено, что сварка трением с перемешиванием приводит к изменению размеров частиц вторых фаз в сплавах системы Al-Mg. Размеры некогерентных частиц Al_6Mn увеличиваются в 2-3 раза, а размеры когерентных частиц $Al_3(Sc,Zr)$ увеличиваются не более чем на 30%. Когерентная природа частиц $Al_3(Sc,Zr)$ сохраняется.

Практическая значимость. Показано, что высокопрочные сварные конструкции из листов Al-Mg сплавов, содержащих наночастицы как с некогерентными, так и когерентными границами, могут быть получены с близким к равнопрочному сварным швом. Упрочненные за счет формирования мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры методом равноканального углового прессования при повышенной температуре с последующей горячей

изотермической прокаткой листы могут быть соединены сваркой трением с перемешиванием с близким к равнопрочному сварным швом.

Положения, выносимые на защиту:

1. Влияние равноканального углового прессования при повышенной температуре на эволюцию структуры и механических свойств в Al-Mg сплавах, содержащих наночастицы вторых фаз с когерентными и некогерентными границами.

2. Закономерности и механизмы формирования рекристаллизованной структуры сплавов Al-Mg в процессе равноканального углового прессования при повышенной температуре.

3. Природа повышения предела текучести сплавов Al-Mg за счет формирования мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры при равноканальном угловом прессовании и сварки трением с перемешиванием.

4. Влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и свойства листов сплавов Al-Mg с крупнозернистой, мелкозернистой и ультрамелкозернистой структурой.

Вклад автора. Соискатель активно участвовал в постановке экспериментов, лично проводил эксперименты, микроструктурные исследования, обработку и анализ полученных результатов исследований, принимал активное участие в подготовке и написании научных публикаций. Соавторы публикаций по теме диссертации принимали участие в подготовке объектов исследования и обсуждении полученных результатов.

Апробация работы. Результаты диссертационной работы были представлены и обсуждены на международных научно-практических конференциях: 12th International Conference on Aluminum Alloys (Япония, 2010 г.); 50 Международный научный симпозиум «Актуальные проблемы прочности» (Беларусь, 2010 г.); Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NanoSPD (Китай, 2011 г.); Bulk Nanostructured Materials (Россия, 2011 г.); Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и металловедении (Россия, 2011 г.); 8th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials THERMEC 2013 (США, 2013 г.); 14th International Conference on Aluminum Alloys (Норвегия, 2014 г.); 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (Япония, 2015 г.); 9th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials THERMEC 2016 (Австрия, 2016 г.); 15th International Conference on Aluminum Alloys (Китай, 2016 г.); «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2016).

Публикации. Основное содержание диссертационной работы отражено в 15 публикациях в изданиях, входящих в список ВАК, и 1 патенте.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, выводов и списка литературы из 205 наименований, изложена на 127 страницах, содержит 58 рисунков и 21 таблица.

Автор благодарен научному руководителю д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. за помощь в планировании диссертационной работы, к.ф.-м.н. Миронову С.Ю., к.т.н. Могучевой А.А., к.т.н. Газизову М.Р. за плодотворное обсуждение полученных результатов и научные консультации, Тагирову Д.В., Ковалю Н.В., Кулицкому В.А. и Высоцкому И.В. за практическое содействие в работе и помощь в проведении экспериментов. Автор бесконечно признателен своей семье за терпение и поддержку.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, сформулированы цель и задачи, а также обоснованы положения, выносимые на защиту, отмечена научная новизна и практическая ценность диссертационной работы.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние легирующих элементов, таких как Mn, Zr и Sc, на свойства алюминиевых сплавов. Проанализированы механизмы упрочнения сплавов системы Al-Mg и способы повышения прочностных свойств методами ИПД, в частности РКУП и СТП. Рассмотрены преимущества данных методов ИПД по сравнению с другими методами. Описано влияние этих технологий на структуру, частицы вторых фаз и механические свойства алюминиевых сплавов.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ описаны материалы и методики исследований, используемые в работе. В качестве материалов исследования были выбраны два сплава системы Al-Mg – 1561 и 1570С, которые содержат наночастицы Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$ с некогерентными и когерентными границами, соответственно. Химический состав сплавов представлен в таблицах 1 и 2. Оба сплава были получены методом полунепрерывного литья.

Таблица 1 – Химический состав алюминиевого сплава 1561 (в масс. %)

| Mg | Mn | Zr | Si | Fe | Al |
|-----|-----|-----|------|-------|------|
| 5,4 | 0,5 | 0,1 | 0,12 | 0,014 | Ост. |

Таблица 2 – Химический состав алюминиевого сплава 1570С (в масс. %)

| Mg | Mn | Sc | Zr | Ti | Fe | Si | Al |
|-----|------|-----|------|------|------|------|------|
| 5,4 | 0,37 | 0,2 | 0,09 | 0,29 | 0,07 | 0,04 | Ост. |

Сплав 1561 был гомогенизирован по двум различным режимам – низкотемпературному и высокотемпературному. При низкотемпературной гомогенизации (ГО1) сплав был отожжен при 360°C в течение 6 часов. Высокотемпературный режим гомогенизации (ГО2) включал в себя две ступени отжига – выдержка при 440°C в течение 4 часов и 500°C в течение 8 часов.

Сплав 1570С гомогенизировали при 360°C в течение 8 часов с последующим охлаждением вместе с печью. После гомогенизации полуфабрикаты были экструдированы при 380°C со степенью обжатия ~75%.

Для изучения влияния деформации методом РКУП при повышенной температуре на структуру и свойства сплавов системы Al-Mg из гомогенизированных слитков сплавов 1561 и 1570С вырезали два типа заготовок. Первый тип заготовок с сечением 20×20 мм² и длиной 100 мм был предназначен для проведения структурных исследований и механических испытаний, а второй тип с сечением 180×40 мм² и длиной 180 мм – для последующей прокатки с целью получения листов с мелкозернистой и ультрамелкозернистой структурой. Для РКУП были использованы изотермические штампы с L-образной конфигурацией каналов, угол между которыми был равен $\phi=90^\circ$. Суммарная истинная степень деформации равнялась количеству проходов РКУП. Для заготовок квадратного сечения 20×20 мм² использовали маршрут В_С и количество проходов прессования 1, 2, 4, 6, 8 и 12. Для заготовок прямоугольного сечения 180×40 мм² использовали маршрут В_{СZ} и 12 проходов. Температура матрицы и заготовок была ~300°C. После окончания прессования все заготовки охлаждали в воде.

Для изучения СТП листов сплавов системы Al-Mg с мелкозернистой и ультрамелкозернистой структурой из заготовок, подвергнутых 12 проходам РКУП, сплавов 1561 и 1570С вырезали пластины, которые потом подвергли горячей изотермической прокатке при ~300°C на шестивалковом прокатном стане Hankook с такой же температурой поверхности рабочих валков. Для изучения СТП листов из этих сплавов с крупнозернистой структуры заготовки для прокатки вырезали из слитков сплава 1561 и экструдированных прутков сплава 1570С. Направление прокатки совпадало с главной осью слитка и направлением экструзии, соответственно. Конечная толщина листов составила 2 мм, что соответствует суммарной степени обжатия ~80%. После достижения требуемой толщины листы охлаждали в воде.

Для изучения влияния деформации методом СТП на структуру и свойства сплавов системы Al-Mg в крупнозернистом, мелкозернистом и ультрамелкозернистом состояниях листы сплавов 1561 и 1570С соединяли на

установке сварки трением с перемешиванием AccuStir 1004 фирмы General Tool Company. Диаметр плечиков инструмента равен 12,5 мм, диаметр и длина пина равны, соответственно, 5 и 1,9 мм. На пин была нанесена резьба М5. При сварке крупнозернистых листов скорость вращения и подачи инструмента составляли 500 мин^{-1} и 75 мм/мин, соответственно. При сварке мелкозернистый и ультрамелкозернистых листов скорость вращения и подачи инструмента составляли 500 мин^{-1} и 150 мм/мин, соответственно. Угол наклона инструмента к нормали соединяемых пластин составил $2,5^\circ$. Направление подачи инструмента при СТП совпадало с направлением прокатки (экструзии, прессования). Для исключения непровара и дефектов в основании шва, сварку проводили в два прохода таким образом, что сторона отступления (набегания) при первом проходе являлась стороной набегания (отступления) при втором проходе СТП. Точки входа и точки выхода инструмента совпадали. Прижимное усилие инструмента составило около 6,7 кН.

Качественный и количественный анализ микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-71 и растровых электронных микроскопах FEI Quanta 200 3D, FEI Quanta 600 и FEI Nova, оснащенные системами анализа структуры и текстуры кристаллических материалов методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализ). Средний размер структурных элементов оценивали методом секущих с выборкой не менее 300 измерений для каждого состояния. Средний угол разориентировки и объемную долю границ определяли в программе анализа EBSD данных TSL OIMTM. Тонкую структуру сплавов проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Анализ текстуры материала выполнили на дифрактометре ARL X'TRA, оснащенный CuK_α источником излучения, коллиматором обскуры (1,5 мм) и детектором Пельтье. Качественный и количественный анализ текстуры проводили с использованием программы MATLAB. Функции распределения ориентировок (ФРО) были реконструированы по частичным полюсным фигурам, снятым с дифракционных пиков от плоскостей (111), (100), (110) и (311) с использованием программы MTEX.

Статические испытания на растяжение плоских образцов проводили согласно ГОСТ 1497-84 при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Instron 5882, оснащенной автоматическим экстензометром MFХ 500 для контроля степени деформации. В процессе растяжения образцов осуществлялась запись и анализ диаграммы растяжения с помощью программы BluehillTM, которая позволяет определить предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_B) и относительное удлинение до

разрушения (δ). Измерения микротвердости по шкале Виккерса проводили на микротвердомере Wolpert 420MD.

Исследование проводили на оборудовании Центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ».

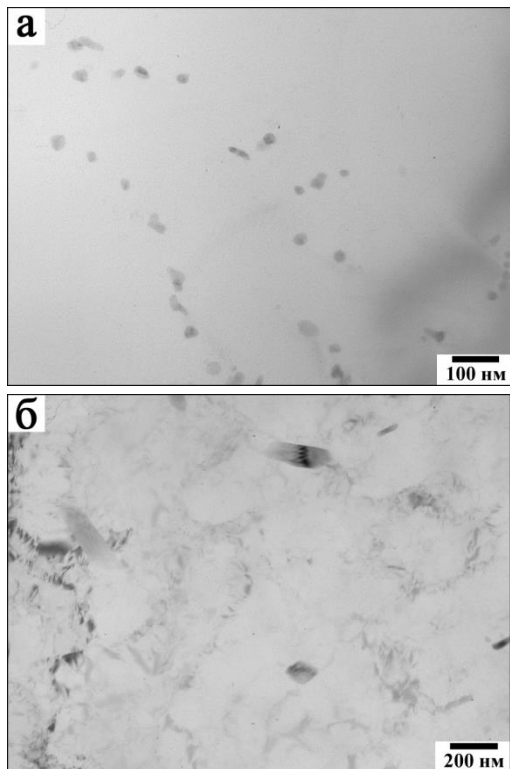


Рисунок 1 – Снимки ПЭМ сплавов (в) 1561-ГО1 и (г) 1561-ГО2.

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ рассмотрены закономерности и механизмы образования рекристаллизованных зерен в процессе РКУП при 300°C и влияние на динамическую рекристаллизацию частиц вторых фаз. Гомогенизация привела к формированию в сплаве 1561-ГО1 сферических частиц фазы Al_6Mn со средним диаметром ~ 25 нм и некогерентными границами (рисунок 1а). В сплаве 1561-ГО2 сформировались крупные частицы этой фазы в виде пластин длиной ~ 150 нм и толщиной ~ 60 нм (рисунок 1б). В обоих случаях объемная доля фазы Al_6Mn составила около 0,076%.

Непрерывная динамической рекристаллизации (НДР) приводит к формированию практически полностью рекристаллизованной структуры со средним размером зерна $\sim 0,6$ мкм в сплаве 1561-ГО1. Установлено, что на первых проходах формируются вытянутые субзерна, которые образуются на месте деформационных микрополос, пространство между которыми разделяется деформационными стенками на отдельные субзерна. При последующей деформации кристаллиты уменьшаются в размерах и приобретают равноосную форму, разориентировка их границ постепенно увеличивается. Причем, разориентировка малоугловых границ (МУГ) возле исходных большеугловых границ (БУГ) выше, чем в объеме исходных зерен. Оторочка из мелких рекристаллизованных зерен появляется возле исходных БУГ. При дальнейших проходах РКУП толщина этой оторочки увеличивается, постепенно заполняя весь объем исходных зерен. После 12 проходов в сплаве 1561-ГО1 формируется практически полностью рекристаллизованная структура (рисунок 2а).

В сплаве 1561-ГО2 при РКУП происходят аналогичные процессы НДР. Однако, размеры субзерен, формирующихся на первых проходах значительно выше, чем в сплаве 1561-ГО, а средняя разориентировка МУГ, формирующихся

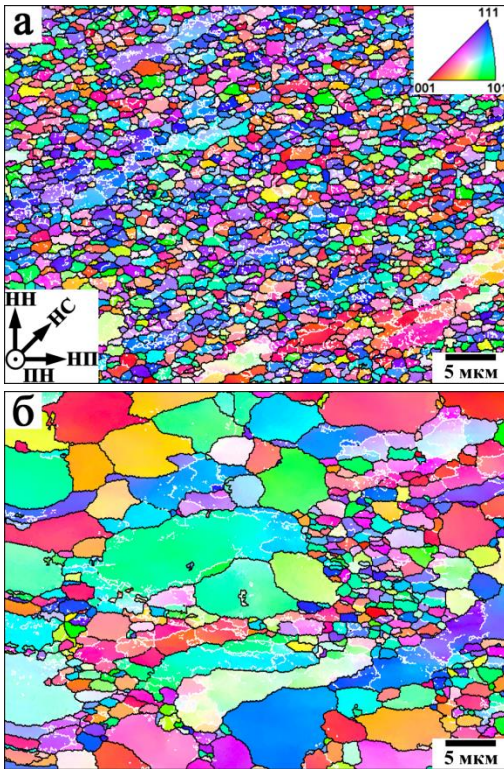


Рисунок 2 – EBSD изображение микроструктуры сплавов (а) 1561-ГО1 и (б) 1561-ГО2, подвергнутых РКУП при 300°C со степенью деформации $\varepsilon \approx 12$. PD – направление деформации. НН – направление прессования, НН – направление нормали, ПН – поперечное направление, HC – направление сдвига.

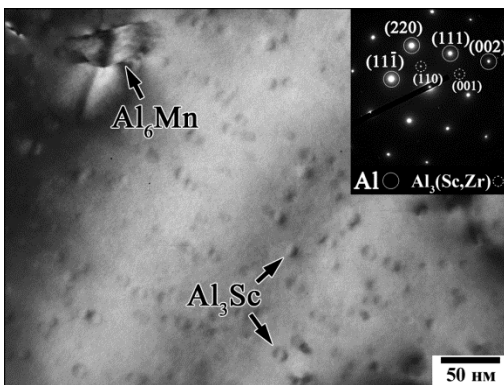


Рисунок 3 – Снимок ПЭМ сплава 1570С в исходном состоянии.

при $\varepsilon \approx 1$, и плотность дислокаций существенно ниже, чем в сплаве 1561-ГО1. При последующих проходах РКУП наряду с мелкими зёрнами наблюдаются крупные рекристаллизованные зёрна, содержащие низкую плотность дислокаций ($\sim 10^{13} \text{ м}^{-2}$), что свидетельствует о локальном статическом росте некоторых кристаллитов при статическом отжиге между проходами РКУП. Это приводит к формированию бимодальной структуры, состоящей из крупных и мелких зёрен слегка вытянутой формы (рисунок 2б).

Был проведен анализ влияния частиц Al_6Mn на формирование структуры сплава 1561 в процессе равноканального углового прессования, который показал, что мелкие частицы фазы Al_6Mn , выделяющиеся в процессе низкотемпературной гомогенизации, обеспечивают формирование однородной рекристаллизованной структуры в сплаве 1561-ГО1 за счет высокой Зинеровской силы торможения, величина которой оказывается достаточной для подавления как непрерывного роста зёрен (собирательная рекристаллизация), так и прерывистого роста зёрен (вторичная рекристаллизация). В сплаве 1561-ГО2, подвергнутого РКУП, сила Зинера существенно меньше, а неоднородность структуры вызывает статический прерывистый рост зёрен. Таким образом, структурные характеристики,

формирующейся в процессе РКУП структуры, данного сплава определяются размером и формой частиц фазы Al_6Mn .

В сплаве 1570С присутствуют когерентные сферические частицы $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ диаметром около 9 нм, которые равномерно распределены по всему объему. Их объемная доля составила $\sim 0,1\%$. Кроме того, было обнаружено

небольшое количество частиц фазы Al_6Mn размером ~ 40 нм с некогерентными границами (рисунок 3).

При первом проходе РКУП внутри исходных зерен формируются планарные МУГ под углом $\sim 20^\circ$ к направлению деформации в зернах, принадлежащих к текстурному α -волокну (№ 1 на рисунке 4а) или β -волокну (№2 на рисунке 4а). Угол между этими МУГ и плоскостью $\{112\}$ составляет менее 2° (рисунок 5).

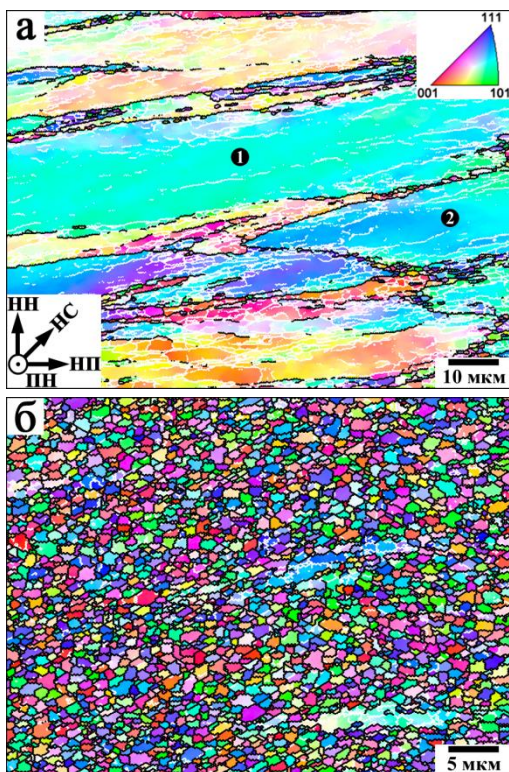


Рисунок 4 – EBSD изображение сплава 1570С, подвергнутого РКУП при 300°C и степени деформации (а) $\varepsilon\sim 1$ и (б) $\varepsilon\sim 12$.

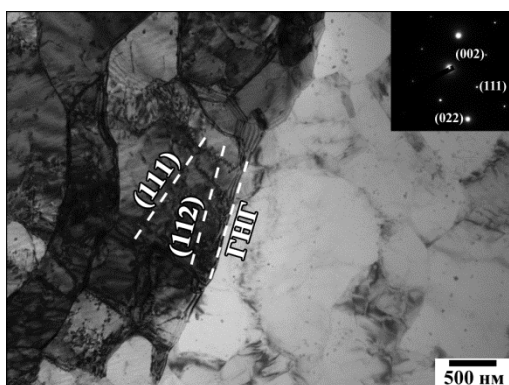


Рисунок 5 – ПЭМ изображение структуры сплава 1570С, подвергнутого РКУП со степенью деформации $\varepsilon\sim 1$

При втором проходе РКУП формируется второе семейство деформационных микрополос, что приводит к трансформации первичных полос деформации в цепочки рекристаллизованных зерен за счет образования отдельных (суб)зерен, окруженных как МУГ, так и БУГ или зерен, окруженных только БУГ, в местах их пересечения со вторичными микрополосами деформации. Этот процесс идет в исходных зернах, принадлежащих к β -волокну. В исходных зернах, принадлежащих к неустойчивым текстурным ориентировкам деформационные полосы и рекристаллизованные зерна не образуются. При последующих проходах РКУП наблюдается постепенная трансформация исходной горячепрессованной структуры в рекристаллизованную. Формирование новых зерен сильно зависит от ориентировки исходных зерен. Образование деформационных полос идет в зернах, ориентировка которых является стабильной, что запускает механизм НДР. Деформационные полосы с планарными МУГ появляются параллельно существующим цепочкам рекристаллизованных зерен. Эти ламели трансформируются в цепочки рекристаллизованных зерен благодаря их разделению на отдельные (суб)зерна и МУГ в БУГ. После $\varepsilon\sim 12$ частично

последующей перестройки

рекристаллизованная структура трансформируется в практически полностью рекристаллизованную структуру, состоящую из мелких зерен со средним размером $\sim 0,8$ мкм (рисунок 4б). Следует отметить, что каких-либо изменений в размерах и объемной доли частиц $Al_3(Sc,Zr)$ и Al_6Mn не обнаружено.

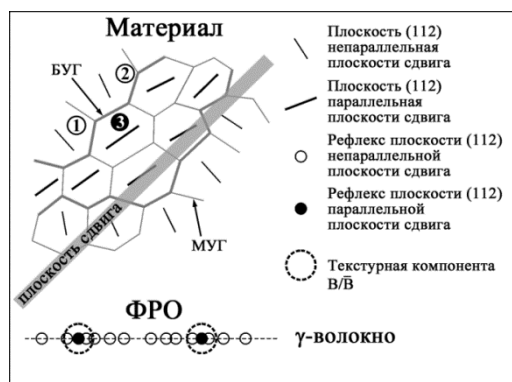


Рисунок 6 – Схема формирования γ -волокна.

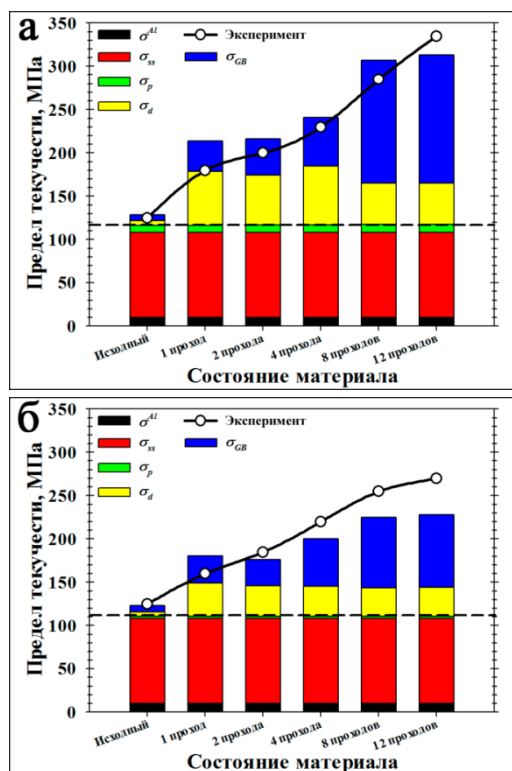


Рисунок 7 – Сравнение экспериментально полученного и расчетного предела текучести в сплавах (а) 1561-ГО1 и (б) 1561-ГО2.

Горизонтальная пунктирная линия – неизменяемый параметр σ_0^{AlMg} , который не зависит от количества проходов РКУП.

Анализ функций распределения ориентировок показал, что в процессе РКУП появляются текстурные компоненты $B_\theta/\overline{B_\theta}$, вес которых с увеличением количества проходов возрастает. При $\varepsilon \geq 2$ появляется γ -волокно, которое соединяет устойчивые ориентировки, принадлежащие к β -волокну. Формирование γ -волокна связано с множественным скольжением в разориентированных кристаллитах, что приводит к отклонению ориентации многочисленных субзерен от стабильных $B_\theta/\overline{B_\theta}$ компонент и интенсификации процесса НДР (рисунок 6).

Таким образом, формирование границ деформационных полос и их последующее превращение в плоские субграницы, которые легко набирают разориентировку при деформации, играет основную роль в НДР сплава системы Al-Mg-Sc-Zr при РКУП при повышенных температурах. Локализованный простой сдвиг при РКУП, который в значительной степени способствует формированию деформационных полос, обеспечивает высокую скорость НДР в алюминиевых сплавах при этих температурах. Частицы $Al_3(Sc,Zr)$ предотвращают миграцию как МУГ, так и БУГ, что критически важно для протекания НДР.

В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ выполнен подробный анализ механизмов упрочнения в сплавах 1561 и 1570С при формировании УМЗ структуры в процессе РКУП. В обоих сплавах основной

вклад в увеличение предела текучести вносят механизмы дислокационного и структурного упрочнений.

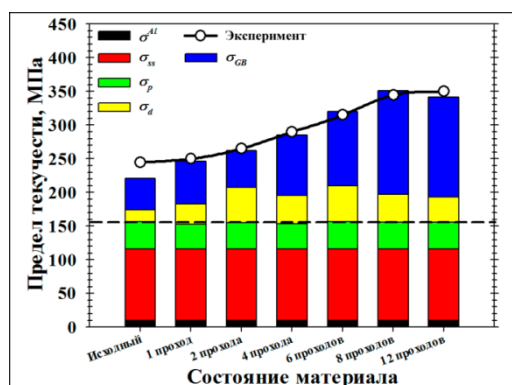


Рисунок 8 – Сравнение

экспериментально полученного предела текучести и расчетного в сплаве 1570С.

Горизонтальная пунктирная линия – неизменяемый параметр σ_0^{AlMgSc} , который не зависит от количества проходов РКУП.

Формирование УМЗ структуры в сплаве 1561-ГО1 приводит к увеличению предела текучести и предела прочности с 125 МПа и 280 МПа, соответственно, в состоянии после гомогенизации до 335 МПа и 415 МПа после 12 проходов. В сплаве 1561-ГО2 предел текучести и предел прочности возросли до 270 МПа и 380 МПа, соответственно. При этом пластичность сплавов осталась на достаточно высоком уровне (23...26%). В сплаве 1561-ГО1 предел текучести при РКУП увеличивается за счет формирования новых границ с разориентировкой $>2^\circ$ и увеличения плотности дислокаций (рисунок 7).

Установлено, что дисперсионное упрочнение от частиц Al_6Mn незначительно и не превышает 9 МПа. Было показано, что дислокационное упрочнение обеспечивается только решеточными дислокациями. МУГ с углом разориентировки менее 2° не вносят вклад в дислокационное и зернограничное упрочнения. Величина зернограничного упрочнения определяется средним расстоянием между границами с углом разориентировки выше 2° .

РКУП сплава 1570С приводит к росту предела текучести с 245 МПа в исходном состоянии до 350 МПа после 12 проходов. Предел прочности и пластичность немного снижаются на начальных проходах РКУП с 415 МПа и 23%, соответственно, до 380 МПа и 19%. Однако, к 8-12 проходам предел прочности и пластичность вновь возрастают до 420 МПа и 27%, соответственно.

Был проведен детальный анализ и расчет механизмов упрочнения в сплаве 1570С для установления связи между деформированной структурой и пределом текучести (рисунок 8). Как и в сплаве 1561, увеличение предела текучести при РКУП происходит за счет формирования новых границ с разориентировкой $>2^\circ$ и увеличения плотности дислокаций. Твердорастворное упрочнение обеспечивается наличием магния и марганца в твердом растворе. Вклад дисперсионного упрочнения, связанный с наличием когерентных частиц $Al_3(Sc,Zr)$, описывается по механизму перерезания частиц движущимися дислокациями. МУГ с углом разориентировки менее 2° не вносят вклад в дислокационное и зернограничное упрочнения. Величина зернограничного

упрочнения определяется средним расстоянием между границами с углом разориентировки выше 2° . Анализ структурного упрочнения для обоих сплавов был выполнен с учетом изменения плотности дислокаций при РКУП. Для сплава 1561 было получено следующее уравнение Холла-Петча:

$$\sigma_{0.2} = 117 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2}, \quad (1)$$

а для сплава 1570С:

$$\sigma_{0.2} = 155 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2}. \quad (2)$$

Видно, что коэффициент Холла-Петча для обоих сплавов составил $\sim 0,11$ МПа \times м $^{1/2}$, а величина σ_0 отличается, что связана с большей величиной дисперсионного упрочнения от частиц Al_3 (Sc,Zr). Учет изменения плотности дислокаций позволил получить универсальное выражение закона Холла-Петча для Al-Mg сплавов.

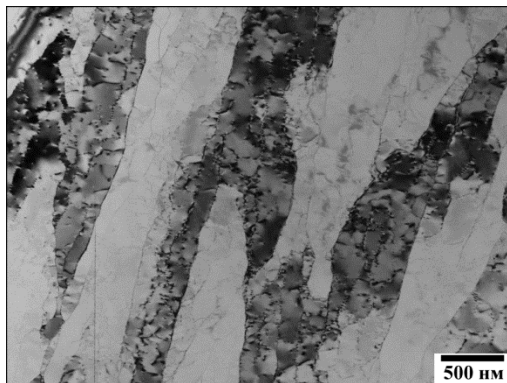


Рисунок 9 – ПЭМ изображение структуры листов сплава 1561-ГО1, подвергнутого изотермической прокатке при 300°C с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$.

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние СТП на структуру и свойства листов сплавов 1561 и 1570С с крупнозернистой структурой, полученных горячей изотермической прокаткой при 300°C с суммарной степенью обжатия 80% .

Исходная микроструктура крупнозернистого сплава 1561. После горячей прокатки микроструктура листов сплава 1561 состоит из вытянутых вдоль направления прокатки зерен со средней толщиной ~ 60 мкм, которые разделены деформационными

полосами с толщиной ~ 260 нм (рисунок 9). Плотность свободных решеточных дислокаций относительно небольшая ($\sim 4 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$). В материале присутствуют равномерно распределенные некогерентные частицы фазы Al_6Mn со средним диаметром ~ 25 нм, объемная доля которых составила $\sim 0,076\%$.

Сварное соединение крупнозернистого сплава 1561. В результате соединения крупнозернистых листов сплава 1561 сваркой трением с перемешиванием в два прохода формируется ассиметричный бездефектный шов с хорошо различимой зоной перемешивания, что является характерным для Al-Mg сплавов. В зоне перемешивания наблюдается полностью рекристаллизованная структура, состоящая из равноосных зерен со средним размером $\sim 2,5$ мкм (рисунок 10а). Объемная доля БУГ достигает приблизительно 78% . Плотность дислокаций ниже, чем в основном материале – около $2 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. Сварка трением с перемешиванием приводит к значительному

росту частиц Al_6Mn до ~ 67 нм. Они сохранили форму, близкую к сферической, а объемная доля увеличилась незначительно – около 0,1% (рисунок 10б).

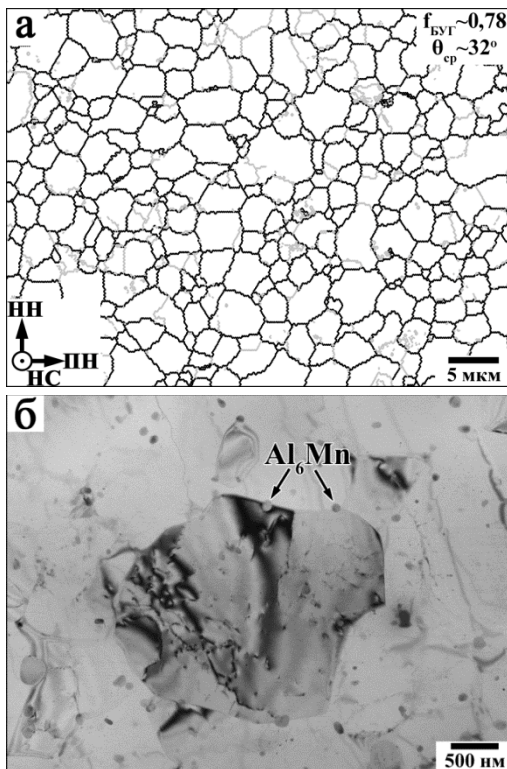


Рисунок 10 – (а) EBSD и (б,в) ПЭМ изображения зоны перемешивания шва катаных листов 1561. МУГ и БУГ обозначены серыми и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление.

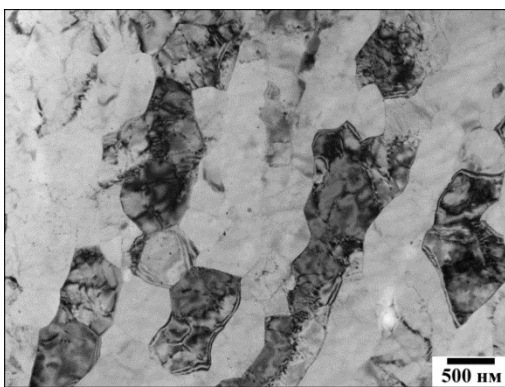


Рисунок 11 – ПЭМ изображение тонкой структуры сплава 1570С, подвергнутого изотермической прокатке при $300^{\circ}C$ с суммарной степенью обжатия $\sim 80\%$.

Механические свойства сварного соединения крупнозернистого сплава 1561. Измерение профиля микротвердости показало, что в зоне воздействия сварочного инструмента наблюдается небольшое падение микротвердости относительно уровня основного материала.

При испытаниях на растяжение основного материала и сварного соединения наблюдается эффект Портевена-Ле Шателье. Сварное соединение деформируется практически равномерно. Коэффициент прочности достигает 97%. Разрушение образцов происходит в зоне минимальной твердости – зоне термического влияния.

Анализ термической стабильности микроструктуры сварного соединения. Был проведен анализ термической стабильности структуры основного материала и зоны перемешивания. Расчет удельной тормозящей силы Зинера за счет наличия частиц Al_6Mn показал, что в основном материале и в зоне перемешивания она составляет $\sim 0,06$ МПа и $\sim 0,02$ МПа, соответственно. Удельная движущая сила, образованная свободными решеточными дислокациями и границами зерен, в основном материале и в зоне перемешивания составила $\sim 0,14$ МПа и $\sim 0,62$ МПа, соответственно. Результирующая движущая сила в основном материале составляет $\sim 0,08$ МПа, а в зоне перемешивания – около 0,6 МПа. Ее низкие значения говорят об относительной термической стабильности структуры

сварного соединения в целом. Причем, стабильность зоны перемешивания намного ниже, чем у основного материала.

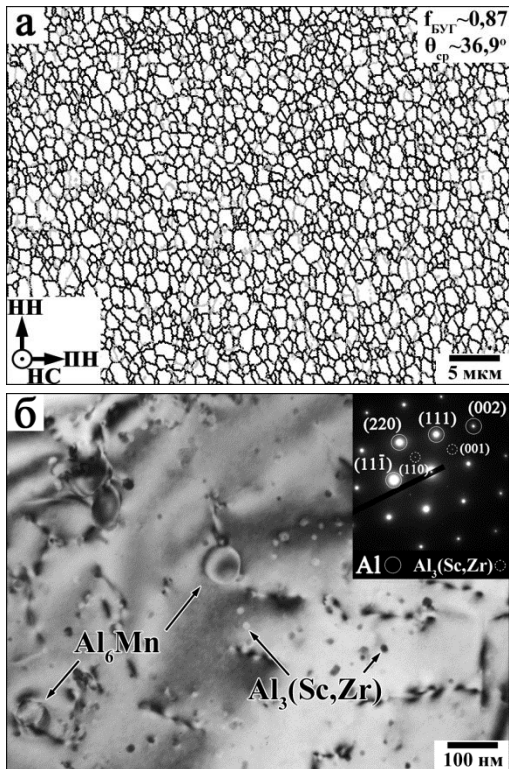


Рисунок 12 – (а) EBSD и (б) ПЭМ изображения зоны перемешивания шва катаных листов 1570С. МУГ и БУГ обозначены серыми и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление.

Исходная микроструктура крупнозернистого сплава 1570С.

Микроструктура листов представлена сильно вытянутыми в направлении прокатки зернами со средней толщиной ~ 30 мкм. Внутри зерен наблюдается развитая субструктура со средним размером кристаллитов $\sim 0,7$ мкм (рисунок 11). ПЭМ показала, что плотность дислокаций в материале относительно небольшая ($\sim 4 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$), присутствуют равномерно распределенные когерентные частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ со средним размером ~ 9 нм и объемной долей $\sim 0,1\%$.

Сварное соединение крупнозернистого сплава 1570С.

Сварка трением с перемешиванием в два прохода приводит к получению бездефектного сварного соединения с хорошо различимой зоной перемешивания, в которой формируется полностью рекристаллизованная структура, состоящая из равноосных зерен со средним размером $\sim 1,2$ мкм (рисунок 12). Плотность дислокаций по сравнению с основным материалом практически не изменилась – около $4 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. ПЭМ показала, что объемная доля частиц $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ не изменяется, а их размер возрастает до ~ 15 нм. При этом когерентность этих частиц сохраняется.

Механические свойства сварного соединения крупнозернистого сплава 1570С. При растяжении образцов основного материала и сварного соединения наблюдается эффект Портевена-Ле Шателье. Прочностные свойства основного материала и сварного шва очень близки. Вследствие этого при растяжении не наблюдается неоднородного течения материала и локализации деформации в какой-либо зоне сварного соединения. Таким образом, коэффициент прочности сварного соединения составил 94%. Разрушение образцов происходило в зоне перемешивания.

Анализ термической стабильности микроструктуры сварного соединения. Величина удельной тормозящей силы Зинера за счет наличия когерентных частиц $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ в основном материале и в зоне сварного соединения составляет $\sim 0,17$ МПа и $\sim 0,1$ МПа, соответственно. Удельная движущая сила,

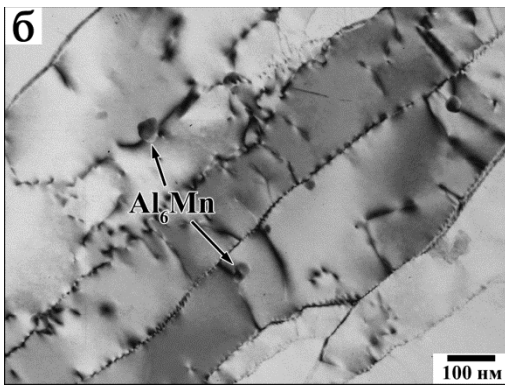


Рисунок 13 – ПЭМ изображение микроструктуры мелкозернистых листов сплава 1561.

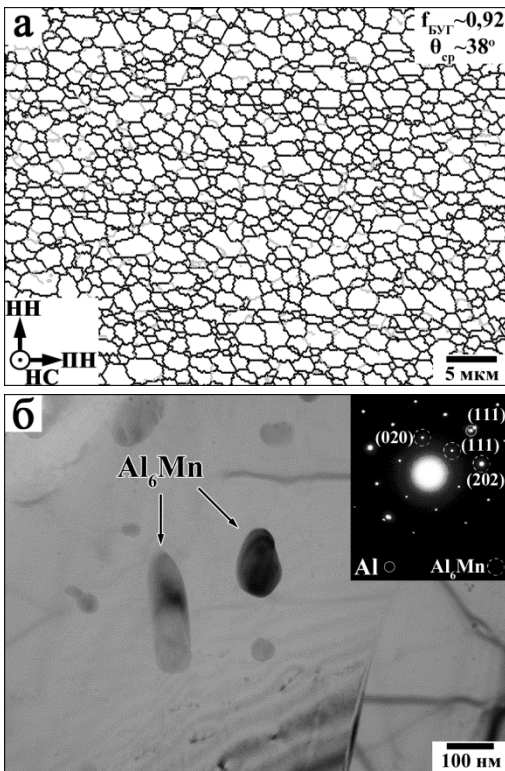


Рисунок 14 – (а) EBSD и (б) ПЭМ изображения зоны перемешивания шва мелкозернистых листов 1561. МУГ и БУГ обозначены серыми и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление.

дисперсоидов Al_6Mn со средним размером ~ 33 нм и объемной долей $\sim 0,089\%$ (рисунок 13).

Сварное соединение мелкозернистого сплава 1561. В результате соединения мелкозернистых листов сплава 1561 сваркой трением с

образованная свободными решеточными дислокациями и границами зерен, составляет $\sim 0,54$ МПа и $\sim 1,3$ МПа в основном материале и зоне перемешивания, соответственно. Результирующая удельная движущая сила в основном материале составляет $\sim 0,37$ МПа, тогда как в зоне перемешивания – около 1,2 МПа. Таким образом, структура в сварном соединении листов сплава 1570С обладает низкой термической стабильностью. Следует отметить, что в зоне перемешивания стабильность структуры существенно ниже, чем в основном материале.

В ШЕСТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и свойства мелкозернистых листов сплавов 1561 и ультрамелкозернистых листов сплава 1570С, полученных равноканальным угловым прессованием при $300^\circ C$ 12 проходов и последующей горячей изотермической прокаткой при $300^\circ C$ с суммарной степенью обжатия 80%.

Исходная микроструктура мелкозернистого сплава 1561.

Микроструктура мелкозернистых листов сплава 1561 представлена зернами толщиной ~ 4 мкм, которые сильно вытянуты в направлении прокатки и содержат большое количество МУГ. Размер кристаллитов составляет $\sim 0,3$ мкм. Доля большеугловых границ составила около 18%. Плотность дислокаций достигла $\sim 7 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. ПЭМ исследования показали наличие равномерно распределенных некогерентных

перемешиванием в два прохода формируется асимметричный бездефектный шов с хорошо различимой зоной перемешивания. Микроструктурные исследования показали, что в результате СТП в зоне перемешивания формируется рекристаллизованная структура, состоящая из равноосных зерен со средним размером $\sim 1,4$ мкм (рисунок 14а) и плотностью дислокаций $\sim 2 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. Средний размер кристаллитов по данным ПЭМ составил $\sim 1,4$ мкм. Объемная доля частиц Al_6Mn практически не изменилась, однако их средний размер увеличился до ~ 56 нм (рисунок 14б).

Механические свойства сварного соединения мелкозернистого сплава 1561. Измерения профиля микротвердости показали, что микротвердость сварного соединения немного меньше значений микротвердости основного материала.

Испытания на растяжение показали наличие эффекта Портевена-Ле Шателье в основном материале и в сварном соединении. Прочность сварного соединения оказалась практически равна прочности основного материала. Коэффициент прочности составил 98%. Уменьшение плотности дислокаций в зоне перемешивания в процессе СТП компенсируется уменьшением размера зерна. Разрушение сварного соединения произошло в зоне перемешивания. Локализации деформации в какой-либо зоне сварного соединения не наблюдалось в процессе растяжения.

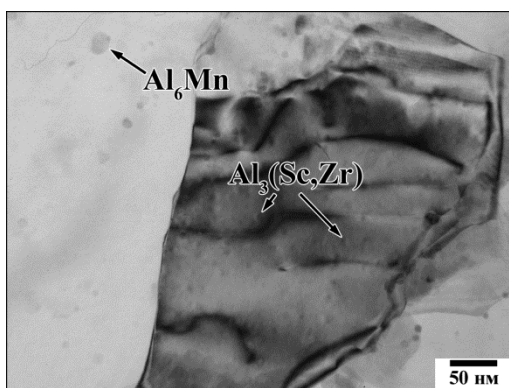


Рисунок 15 – ПЭМ изображение микроструктуры УМЗ листов сплава 1570С.

и объемной долей $\sim 0,1\%$, (рисунок 15). Плотность дислокаций составила $\sim 9 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$.

Сварное соединение ультрамелкозернистого сплава 1570С. Сварка трением с перемешиванием УМЗ листов сплава 1570С в два прохода привела к формированию асимметричного соединения с хорошо различимой зоной перемешивания. В центре зоны перемешивания присутствует зигзагообразная линия – дефект, который не влияет на статические свойства сварного соединения при растяжении.

Исходная микроструктура ультрамелкозернистого сплава 1570С. Микроструктура ультрамелкозернистых листов сплава 1570С представлена слегка вытянутыми в направлении прокатки зернами длиной $\sim 0,7$ мкм и толщиной $\sim 0,5$ мкм с небольшой долей малоугловых границ $\sim 26\%$. ПЭМ исследования показали наличие равномерно распределенных когерентных частиц $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ со средним размером ~ 9 нм

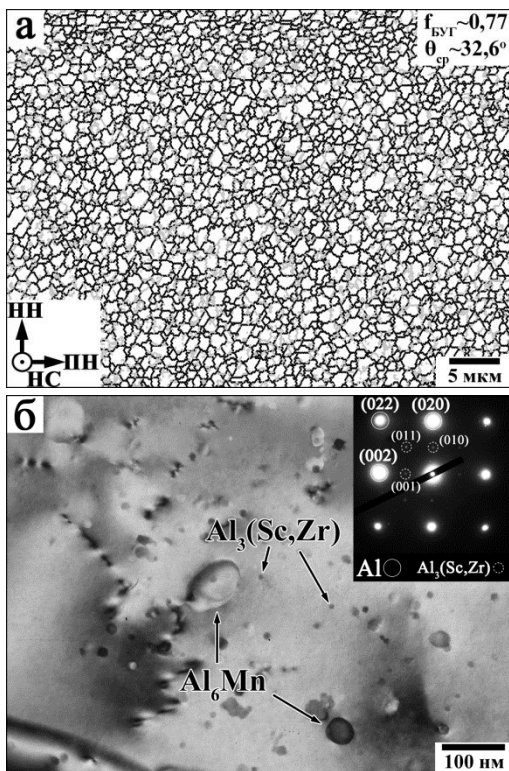


Рисунок 16 – (а) EBSD и (б) ПЭМ изображения зоны перемешивания шва УМЗ листов 1570С. МУГ и БУГ обозначены серыми и черными линиями, соответственно. НН – направление нормали, НС – направление сварки, ПН – поперечное направление.

СТП не приводит к значительным изменениям в материале. Полученная рекристаллизованная структура состоит из равноосных зерен со средним размером $\sim 0,9$ мкм, содержащих небольшую долю малоугловых границ ($\sim 23\%$) и среднюю плотность дислокаций $\sim 5 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 16). ПЭМ исследования показали, что частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ сохранили когерентность, их средний размер немного вырос до ~ 12 нм, а объемная доля не изменилась.

Механические свойства сварного соединения УМЗ сплава 1570С. Измерения профиля микротвердости показали, что микротвердость сварного соединения немного меньше значений микротвердости основного материала.

В основном материале и сварном соединении УМЗ листов сплава 1570С при испытании на растяжение был обнаружен эффект Портевена-Ле Шателье. Прочность сварного соединения немного уступает

прочности основного материала – коэффициент прочности сварного соединения составил $\sim 92\%$. Подобное снижение прочности происходит из-за увеличения размера зерна и уменьшения плотности дислокаций в результате воздействия СТП. Сварное соединение разрушилось в зоне перемешивания по зигзагообразному дефекту. Однако при испытании на растяжение все сварное соединение деформировалось однородно и равномерно.

ВЫВОДЫ:

1. Равноканальное угловое прессование сплавов 1561 и 1570С при температуре $\sim 300^\circ\text{C}$ по маршруту В_С до степени деформации ~ 12 приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры со средним размером зерна около 0,6-0,8 мкм по механизму непрерывной динамической рекристаллизации. Образование взаимно пересекающихся микрополос деформации в зернах, принадлежащих к стабильным ориентировкам α - и β -волокон, обеспечивает формирование объемной сетки малоугловых границ зерен на начальном этапе рекристаллизации. Наличие в сплаве наночастиц с некогерентными границами фазы Al_6Mn и когерентными границами фазы

$\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ способствует стабилизации новых границ зерен в процессе деформации и отжига между проходами РКУП.

2. Увеличение прочности сплавов 1561 и 1570С при равноканальном угловом прессовании при 300°C происходит за счет сочетания дислокационного и структурного упрочнений. Структурное упрочнение осуществляется границами с углом разориентировки от 2° и более, а вклад в дислокационное упрочнение – свободными решеточными дислокациями. Для сплава 1561 было получено следующее модифицированное уравнение Холла-Петча, описывающее структурное упрочнение:

$$\sigma_{0.2} = 117 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2},$$

а для сплава 1570С:

$$\sigma_{0.2} = 155 + \alpha M G b \rho^{1/2} + 0,11 \times d_{GB}^{-1/2}.$$

3. Сварка трением с перемешиванием крупнозернистых листов сплавов 1561 и 1570С позволяет получать практически равнопрочное бездефектное сварное соединение. В процессе сварки трением с перемешиванием формируется полностью рекристаллизованная равноосная структура с размером зерна $\sim 2,5$ мкм в сплаве 1561 и $\sim 1,2$ мкм в сплаве 1570С. Частицы фазы Al_6Mn увеличиваются в диаметре с ~ 25 до ~ 67 нм. Частицы фазы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ увеличиваются в диаметре с ~ 9 до ~ 15 нм, но сохраняют свою когерентность с матрицей. Объемные доли частиц не изменяются. При этом коэффициент прочности сварного соединения листов сплава 1561 достигает 97%, а 1570С – 94%.

4. Сварка трением с перемешиванием обеспечивает получение сварного соединения с коэффициентом прочности 98% для листов сплава 1561 с мелкозернистой структурой и 92% для листов сплава 1570С с ультрамелкозернистой структурой. В зоне перемешивания формируется равноосная структура со средним размером зерна $\sim 1,4$ мкм в сплаве 1561 и $\sim 0,9$ мкм в сплаве 1570С. Объемная доля частиц не изменяется, однако, в сплаве 1561 размер частиц Al_6Mn увеличивается с ~ 33 нм до ~ 56 нм, а в сплаве 1570С размер частиц $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ увеличивается с ~ 9 до ~ 12 нм. Когерентность между частицами $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ и матрицей сохраняется. Снижение прочности материала в зоне перемешивания связано со снижением плотности дислокаций при рекристаллизации, происходящей во время сварки.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах, входящих в список ВАК:

1. Nikulin I. Effect of second phase particles on grain refinement during ECAP of an Al-Mg-Mn alloy / I. Nikulin, A. Kipelova, **S. Malopheyev**, R. Kaibyshev // Acta Materialia – 2012 – V. 60 – P. 487-497.
2. **Malopheyev S.** Superplasticity of friction-stir welded Al-Mg-Sc sheets with ultrafine-grained microstructure / S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A – 2016 – V. 649 – P. 85-92.
3. **Malopheyev S.** Friction-stir welding of ultra-fine grained sheets of Al-Mg-Sc-Zr alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A – 2015 – V. 624 – P. 132-139.
4. **Malopheyev S.** Strengthening mechanisms in a Zr-modified 5083 alloy deformed to high strains / S. Malopheyev, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A – 2014 – V. 620 – P. 246-252.
5. **Malopheyev S.** Friction-stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy in as-fabricated and work-hardened conditions / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A – 2014 – V. 600 – P. 159-170.
6. **Малофеев С.С.** Структура и механические свойства сварных швов сплава 1570С, полученных сваркой трением с перемешиванием / Малофеев С.С., Кулицкий В.А. // Металлы – 2012 – №5 – С. 94-99.
7. **Malopheyev S.** Mechanical properties and structure of friction stir welds of rolled Zr-modified AA5083 alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, R. Kaibyshev // AIP Conference Proceedings – 2016 – V. 1783 – P. 1-4.
8. **Malopheyev S.** Superplastic behavior of friction-stir welded joints of an Al-Mg-Sc alloy with ultrafine-grained microstructure / S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev // Material Science Forum – 2016 – V. 838-839 – P. 338-343.
9. Kaibyshev R. Mechanisms of dynamic recrystallization in aluminum alloys / R. Kaibyshev, **S. Malopheyev** // Material Science Forum – 2014 – V. 794-796 – P. 784-789.
10. Kaibyshev R. The role of deformation banding in grain refinement under ECAP / R. Kaibyshev, **S. Malopheyev**, V. Kulitskiy, M. Gazizov // Advanced Materials Research – 2014 – V. 922 – P. 783-786.
11. **Malopheyev S.** Friction stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy with ultra-fined grained structure / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // Material Science Forum – 2014 – V.794-796 – P. 365-370.
12. Kaibyshev R. The role of deformation banding in grain refinement under ECAP

/ R. Kaibyshev, **S. Malopheyev**, V. Kulitskiy, M. Gazizov // Material Science Forum – 2014 – V. 783-786 – P. 2641-2646.

13. **Malopheyev S.** Effect of strain hardening on the joint efficiency of an Al-Mg-Sc-Zr alloy subjected to friction stir welding / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Advanced Materials Research – 2014 – V. 922 – P. 463-468.

14. Kipelova A. Development of ultra-fine grained structure in an Al-5.4%Mg-0.5%Mn alloy processed by ECAP / A. Kipelova, I. Nikulin, **S. Malopheyev**, R. Kaibyshev // Material Science Forum – 2011 – V. 667-669 – P. 487-492.

15. **Malopheyev S.** Mechanical properties of an Al-5.4%Mg-0.5%Mn-0.1%Zr alloy subjected to ECAP and rolling / S. Malopheyev, A. Kipelova, I. Nikulin, R. Kaibyshev // Material Science Forum – 2011 – V. 667-669 – P. 815-820.

Патент:

Способ деформационно-термической обработки алюминиево-магниевых сплавов: пат. 2566107 Рос. Федерация: МПК⁵¹ С1 / Р.О. Кайбышев, И.А. Никулин, **С.С. Малофеев**; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»). – № 2014135952/02; заявл. 04.09.2014; опубл. 20.10.2015, Бюл. № 29. – 6 с.