

<https://doi.org/10.51301/ejsu.2022.i6.04>

Study of the influence of large shear strains and vortex flow of metal on the formation of an equiaxed ultrafine-grained structure of the E110 zirconium alloy by X-ray diffraction analysis

N. Lutchenko¹, A. Arbutz^{1*}, A. Kawalek², K. Ozhmegov², Ye. Panin³, M. Magzhanov⁴, F. Popov³

¹Nazarbayev University, Astana, Kazakhstan

²Częstochowa University of Technology, Częstochowa, Poland

³Karaganda Industrial University, Temirtau, Kazakhstan

⁴A.Saginov Karaganda Technical University, Karaganda, Kazakhstan

*Corresponding author: alexandr.arbutz@nu.edu.kz

Abstract. In this work, the task was to investigate the processes of microstructure change occurring in relatively large bulk bars under the action of large plastic deformations. Such large levels of deformation are usually achievable in high pressure twisting of small flat disks, but are difficult to achieve in large bulk bars. The method of radial shear rolling makes it possible to achieve comparable ultrahigh degrees of deformation (~ 45 mm/mm) in combination with the vortex flow of the metal. Sequential rolling of the E110 zirconium alloy was carried out under extreme conditions on 2 radial shear rolling mills with a total reduction in diameter $\varepsilon = 185\%$ and a maximum accumulated deformation = 46 mm/mm. To assess the level of deformation and its distribution over the section, FEM modeling was carried out in Deform-3D. The resulting structure was studied by electron microscopy (TEM/SEM). A detailed cross-sectional study of the EBSD structure was performed with a resolution of 1 μm . A gradient structure with a predominance of an equiaxed ultrafine-grained structure was found, which was not very pronounced compared to the use of smaller deformations.

Keywords: radial shear rolling, ultrafine-grained structure, zirconium alloy, gradient structure, severe plastic deformation, large deformations, computer simulation.

1. Введение

Сплавы на основе циркония являются одним из основных материалов ядерной энергетики и используются для изготовления оболочек и заглушек теплоделяющих элементов реакторов на тепловых нейтронах (PWR, WWER) [1]. При относительно невысокой повреждаемости структуры циркония нейтронным потоком, материал конструктивных элементов сильно повреждается осколками деления ядер урана. Защита поверхности оболочек и повышение их механических свойств является одной из наиболее актуальных задач современной ядерной энергетики.

Радикально повысить механические свойства металла можно путем преобразования его структуры в ультрамелкозернистое и наноструктурное состояние [2-3]. Также наличие большого количества межзеренных границ в объеме материала будет служить поверхностями стока для непрерывно образующихся радиационных дефектов, таким образом улучшая радиационную стойкость детали [4-5].

Для формирования ультрамелкозернистой структуры (УМЗ), металл необходимо подвергнуть большим величинам интенсивной пластической деформации ($\varepsilon > 6-8$) при условии всестороннего сжатия 1 ГПа и выше при невысоких температурах [3, 6]. Существенную роль здесь также будет играть немонотонность течения металла. Реализация этих условий легка в дискретных процессах

интенсивной пластической деформации вроде прессования [7-9],ковки [10], кручения под высоким давлением [6, 11], но сложна для производства длинномерных изделий с неизбежными растягивающими напряжениями, где применяется прокатка [12] или волочение [13]. Наилучший эффект улучшения может дать реализация вихревого течения металла в условиях всестороннего гидростатического сжатия [14]. Для получения длинномерных изделий, это достижимо методом радиально-сдвиговой прокатки [15-16]. Такая схема позволит добиться очень больших деформаций за счет траекторно-скоростного сдвига слоев деформируемого металла относительно друг друга [17]. Наиболее подробно механика процесса описана в работе [18]. Этот способ получения УМЗ структуры не так широко исследован, как уже упомянутые РКУП, КВД или всесторонняя ковка и поэтому исследование различных специфических и предельных случаев этого процесса для разных, в том числе и редких материалов имеет научный интерес.

Последние годы способ приобретает все большую популярность для существенного измельчения структуры стали [16, 19-24], титана [25-26], алюминиевых и магниевых сплавов [27-29], меди [16], циркония [30] и других сплавов [31-35]. Однако во многих случаях используется деформация на одной установке, и суммарная деформация по диаметру не превышает $\varepsilon = 50\%$. При этом развивались существенные сдвиговые накопленные деформации до

35 мм/мм в периферийных частях образца и формировалась градиентная структура с равноосной УМЗ периферией и вытянутой текстурой в осевой части.

Основной целью данной работы является экспериментальная реализация существенно больших накопленных деформаций чем в известных ранее работах по методу радиально-сдвиговой прокатки и изучение их влияния на изменения структуры и свойств деформируемого металла на примере сплава Э110.

2. Методы и материалы

2.1. Оборудование

Для реализации больших деформаций была использована последовательная теплая прокатка с диаметра 37 мм до диаметра 13 мм на двух прокатных станах радиально-сдвиговой прокатки с разными характеристиками. Это предельные размеры входящего прутка для большего стана и исходящего прутка для меньшего стана. В работе были использованы станы РСП-14/40 (большой) в Ченстоховском Политехническом Университете (Польша) и РСП 10/30 (меньший) в Карагандинском Индустриальном Университете (Казахстан). Диапазоны их рабочих диаметров перекрываются. Первый стан фактически обеспечивает деформацию с 37 мм до 20 мм, а второй стан с 30 мм до 13 мм. Станы показаны на рисунке 1.



а)



б)

Рисунок 1. Использование радиально-сдвиговых станков: а) РСП 14/40 (ЧУТ, г. Ченстохова, Польша); б) РСП 10/30 (КГИУ, г. Темиртау, Казахстан)

Нагрев и контроль температуры образцов проводился в трубчатой печи Nabertherm R170/750/12.

Для оценки реализуемого напряженно-деформируемого состояния в процессе и конечного уровня накопленной деформации после прокатки на двух станах был использовано численное моделирование методом конечных элементов (МКЭ) через программный комплекс Deform-3D (SFTC).

Для изучения микроструктурных изменений применялись методы электронной микроскопии. Карты кристаллографической ориентации зерен и зерненной структуры в целом были сняты методом электронной дифракции обратно отраженных электронов (Electron Backscatter Diffraction – EBSD) на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения (СЭМ) Crossbeam-540 (Carl Zeiss) с EBSD приставкой NordlysNano (Oxford Instruments). Распознавание паттернов дифракции и построение карт было сделано в HKL Channel-5 Tango software (Oxford Instruments). Тонкая структура была изучена на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-1400PLUS (JEOL) в режимах светлого поля (БФ) и дифракции выбранной области (САЕД).

Пробоподготовка образцов циркония к обоим методам электронной микроскопии велась методом электролитической полировки на установках фирмы Struers - TenuPol-5 для ТЕМ и LectroPol-5 для СЭМ/EBSD. В обоих случаях были использованы рекомендованные производителем электролиты А3 (хлорная кислота - 78 мл, дистиллированная вода - 90 мл, этанол - 730 мл, буюксиэтанол - 100 мл). В обоих случаях применялось принудительное охлаждение электролита с помощью дополнительно встроенных в установки Struers криостатов Julabo 600F. Охлаждение электролита обычно отдельно не описывается в протоколах пробоподготовки, но оно дает очень сильный положительный эффект, особенно для ПЭМ-образца. На основе работ [36-37] был проведен собственный мини-НИОКР с поиском оптимального сочетания температуры электролита, напряжения и скорость потока электролита, омывающего образец. Путем варьирования указанных параметров, изучения вида вольтамперной характеристики и качества получаемого образца были установлены следующие оптимальные значения. Для ПЭМ-образца: температура – -20°C ; напряжение – 37V; скорость потока – 32. Для EBSD/СЭМ образца – температура – $+5^{\circ}\text{C}$; 30 секунд, напряжение – 10V, скорость потока – 13 для этапа полировки и 40 секунд, напряжение – 8V, скорость потока – 13 для этапа травления. Эти протоколы, а также работу [36] можно рекомендовать для приготовления образцов из сильнодеформированного, упрочненного и насыщенного дислокациями сплава М5 и Э110.

Разрезка образцов для всех видов последующей пробоподготовки выполнялась на прецизионной отрезной машине Бриллиант-220 (QATM) с интенсивным водяным охлаждением и скоростью реза 5 мкм/сек для минимизации деформационно-температурного повреждения структуры. Были использованы отрезные диски для твердых материалов со скоростью вращения 700 об.мин. Для электролитического полирования ПЭМ-образцов из центральной части прутка были вырезаны продольные пластинки толщиной 0.3 мм и из них инструментом Disc Punch (Gatan) были выбиты 3 мм диски. Для СЭМ/ EBSD оттуда же были вырезаны более толстые пластины толщиной 2 мм. Подробно схема разрезки показана в экспериментальной части.

2.2. Математическое моделирование

Основной целью компьютерного моделирования было оценить насколько возрастает уровень накопленной деформации в процессе последовательной тепловой прокатки циркониевого сплава на 2 станах радиально-сдвиговой прокатки в technically предельных условиях. Знание предельных доступных значений и распределения

уровня накопленной деформации по сечению прутка необходимо для изучения влияния очень больших сдвиговых деформаций с вихревым течением металла по слоям на изменение структуры и свойств металла, что является основной целью работы. Это референс для интерпретации полученной структуры.

Поскольку сплав Э110 весьма специфический, его реологические свойства необходимые для создания компьютерной модели отсутствуют в базах данных популярных пакетов для МКЭ моделирования. Работа по получению реологической базы данных была проведена совместно с профессором Г. Дья, профессором А. Кавалек и доктором К. Ожмеговым в Польше в Ченстоховском Политехническом Университете и доступна для диапазона температур 20-650°C и скоростей деформаций 0.5-15 s-1 доступны онлайн по адресу: <http://dx.doi.org/10.17632/pg9wfwdxmz.1> [38].

Для модели прокатки с радиальным сдвигом использовались параметры двух станов: прокатный стан РСП 14/40 (рисунок 2а) в Ченстаховском Университете Технологии - для прокатки от 37 мм до 20 мм; прокатный стан РСП-10/30 (рисунок 2б) в Карагандинском Индустриальном Университете - для прокатки от 20 мм до 13 мм мм. Валки имеют разные размер и разный конструкцию, но основные углы расположения оси валков одинаковы, также, как и влияние на особенности текучести металла и напряженно-деформированное состояние.

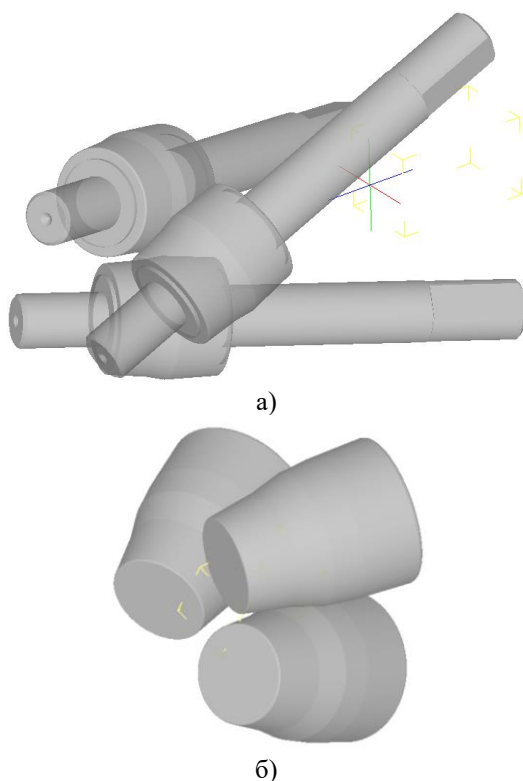


Рисунок 2. Модели радиально-сдвиговых станов: а – стан РСП 14-40; б – стан РСП 10-30

Исходная заготовка диаметром 37 мм и длиной 150 мм была прокатана на обоих станах с ускоренными обжатиями. Маршрут прокатки был следующим: 37-36.5-34-32-30-28-26-23-20 мм на первом стане и 20-17-13 мм на втором стане.

Температура нагрева 530°C для прокатки была выбрана в соответствии с результатами работы [30]; скорость вращения валков была равна 100 об/мин. Коэффициент трения при контакте заготовки и валков был принят равным 0.7 в качестве рекомендуемого значения для горячей прокатки в Deform3D. При прокатке валки принимались как абсолютно жесткие тела, а материал заготовки как эластично-пластичный.

Для анализа уровня проработки металла во время деформации обычно используется параметр "эквивалентная деформация". Поскольку прокатка с радиальным сдвигом является поперечным типом прокатки, целесообразно изучить эквивалентную деформацию в поперечном сечении заготовки - это позволяет оценить не только численные значения параметра, но и характер его распределения по поперечному сечению при деформации.

При анализе эквивалентной деформации (рисунок 3) было обнаружено, что распределение этого параметра имеет кольцевой вид – во всех поперечных сечениях имеются четкие кольцевые зоны развития деформации. При первых проходах, когда обжатие составляло 1.5 мм за проход, разница значений деформации между центром и поверхностью высока - поверхностные слои обрабатываются до 6.5, в то время как центральные слои остаются почти необработанными (уровень деформации 1.8÷2.0).

После серии обжатий на 2 мм (проходы 3-6) в осевой зоне уровень деформации плавно растет примерно с 6 до 9.5, в то время как в поверхностной зоне, где наблюдается максимальный эффект сдвиговой деформации, уровень деформации изменяется примерно с 11 до 22.

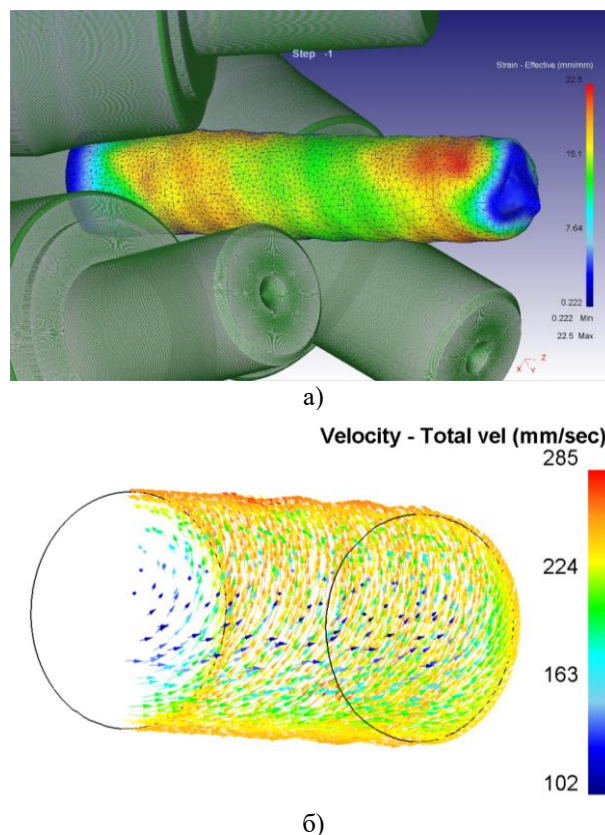


Рисунок 3. Общий вид образца с эквивалентной деформацией и сеткой (а), векторы вихревого течения металла (б) в зоне деформации после радиально-сдвиговой прокатки 37-30 мм на стане РСП-14/40

Когда значение обжатия было увеличено до 3 мм за проход, это привело к увеличению разницы в уровне деформации между центром и поверхностью. После 2 проходов (проходы 7-8) в осевой зоне уровень деформации составил приблизительно 14, в поверхностной зоне уровень деформации составил приблизительно 29.

После 8-го прохода пуля деформировалась на станке РСП-10/30. Новая конфигурация валков и меньший размер заготовки привели к интенсификации формирования деформации сдвига по поперечному сечению. После 9-го прохода с обжатием 3 мм центральные слои были обработаны до 23 уровней деформации, в то время как поверхностные слои были обработаны приблизительно до 35. После 10-го прохода с обжатием 4 мм центральные слои были обработаны до 25-го уровня деформации, в то время как поверхностные слои были обработаны примерно до 46.

Из моделирования видно, что прокатка на втором станке РСП-10/30 (9 и 10 проход) существенно повышает степень накопленной деформации в центральной зоне, что позволяет ожидать существенного изменения структуры.

2.3. Эксперимент

Эксперимент был проведен путем последовательной прокатки по маршруту, описанному в предыдущем разделе по моделированию на рисунке 4. Исходная заготовка нагревалась в течение 37 минут до 530°C, затем последовательно, с одного нагрева прокатывалась на стане РСП-14/40 8 проходов до достижения диаметра 20 мм. Процесс перенастройки стана происходил максимально быстро и время между проходами составляло 1-2 минуты. На это время, для предотвращения потерь тепла, заготовка помещалась обратно в печь. Прокатка происходила на воздухе, без охлаждения деформационной зоны валков водой или суспензией. После достижения финального диаметра, заготовка интенсивно остужалась водой.

Дальнейшая прокатка полученной 20 мм заготовки на стане РСП-10/30 также проводилась после её нагрева в течение 20 минут до 530°C. Прокатка до финального диаметра 13 мм была произведена с одного нагрева за 2 прохода с максимально допустимыми обжатиями 4 мм. Образцы после прокатки показаны на рисунке 6.

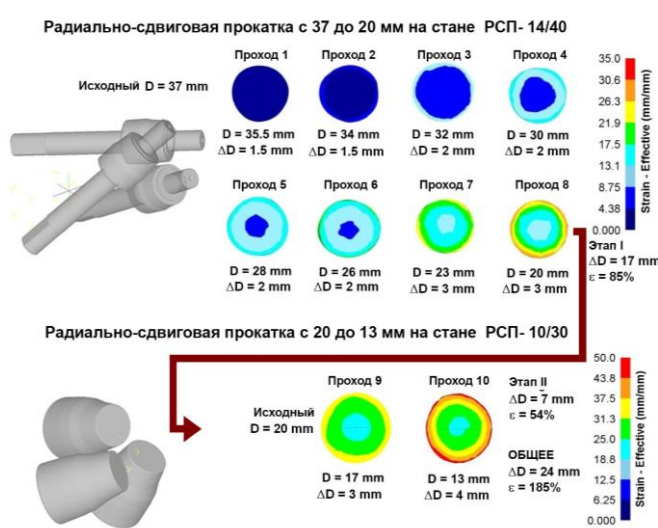


Рисунок 4. Эквивалентная деформация после 10 проходов радиально-сдвиговой прокатки на прокатных станах РСП-14/40 и РСП-10/30

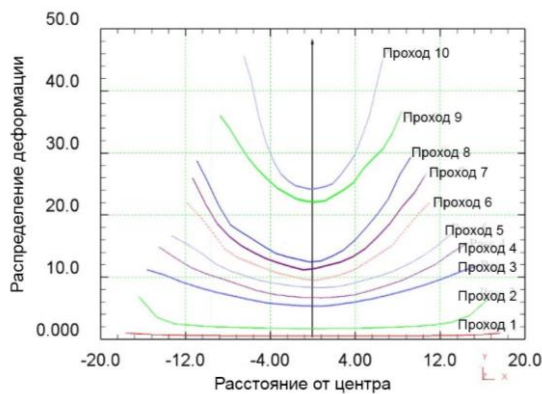


Рисунок 5. Графики распределения эквивалентной деформации по поперечному сечению заготовки



Рисунок 6. Образцы сплава Э110 по стадиям обработки

Все единичные обжатия в ходе обеих обработок были определены по моделированию как максимально возможные в данных условиях и практический эксперимент подтвердил это. В ходе нескольких начальных проходов происходило забуривание прутка и его застревание. Извлечение и перезапуск занимали не много времени, но это явно указывало на действительно предельные условия обработки на данном оборудовании. Также визуальное сравнение формоизменения переднего и заднего концов прутка с компьютерными моделями имеет большое сходство. Это подтверждает корректность полученной ранее базы данных материала [38] и адекватность построения моделей.

После прокатки прутки были разрезаны для исследования согласно схеме, показанной на рисунке 7. Из прутка вырезается бочонок длиной 20 мм, который распиливается пополам вдоль оси. Из обеих половин сечения вырезаются по пластинке – одна для приготовления ПЭМ-образцов для характеристики тонкой структуры центральной зоны и периферийной зоны образца. Другой образец используется для электролитической полировки образца для подробного EBSD-анализа сечения образца.

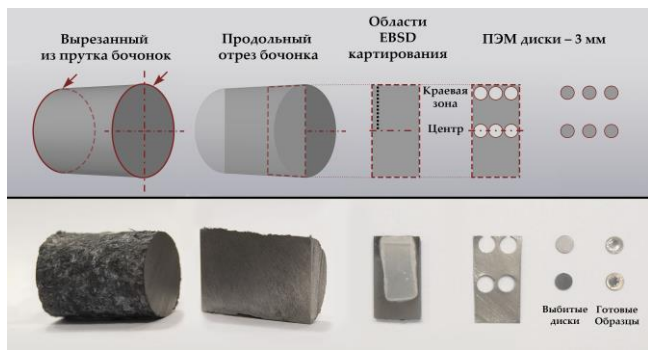


Рисунок 7. Схема разрезки образца для характеристики различными методами

3. Результаты и обсуждение

Из графиков распределения накопленных деформаций по проходам на рисунке 5, видна большая разница между центральной зоной и периферией. Также, на графике заметно выделяются последние 2 прохода (9 и 10) выполненные на стане РСР-10/30. Они позволяют существенно поднять степень деформации центральной зоне и изменить характер её распределения. Известно, что деформация подобная получаемой в проходах 1-8 приводит к формированию градиентной структуры с УМЗ на периферии и получением текстуры в центральной зоне [30]. Существенное приращение накопленной деформации в этой зоне может изменить структуру. Чтобы прояснить происходящее внутри металла требуется более детальное исследование сечения прутка, чем известные ранее работы с характеристикой в 3-х точках сечения.

Основным методом характеристики микроструктуры выбран EBSD поскольку позволяет выполнять самое точное позиционирование поля зрения для изучения изменения структуры по всему сечению прутка с достаточным разрешением. Также EBSD дает кристаллографическую информацию об ориентации зерен и автоматически распознает, и позволяет анализировать структуру с набором статистики. ПЭМ также был использован, но как вспомогательный метод для характеристики элементов тонкой структуры.

EBSD карты были сняты по радиусу прутка с шагом в 1 мм на продольном сечении после финальной деформации согласно рисунку 7. Карты были статистически обработаны и получена информация о среднем диаметра зерна и среднем соотношении наибольшего и наименьшего размера зерна. И то, и другое является важнейшей числовой характеристикой микроструктуры. Использовать только размер зерна нельзя, потому что речь идет о возможной трансформации градиентной структуры с элементами текстуры.

Каждая карта имела не менее 60 измеренных зерен, числовые значения показаны на в виде графиков рисунке 8. Типичный вид структур в соответствующих зонах показан в миниатюрах над графиком. Явно заметен определенный градиент удлинения зерен к центру прутка (уменьшение значения соотношения размеров). Средний размер при этом остается примерно одинаковым на всем сечении с резким провалом самого крайнего значения. Также, заметен градиент по ориентациям с явным увеличением преобладания к оси прутка ориентаций соосно направлению прокатки. При этом вид зерен существенно отличается от описанных ранее в

осевой зоне после такого процесса [30]. И больше напоминает переходную зону. Полноразмерная EBSD карта осевой зоны показана на рисунке 8. ПЭМ-исследование тонкой структуры периферийной зоны показаны на рисунках 9 и 10.

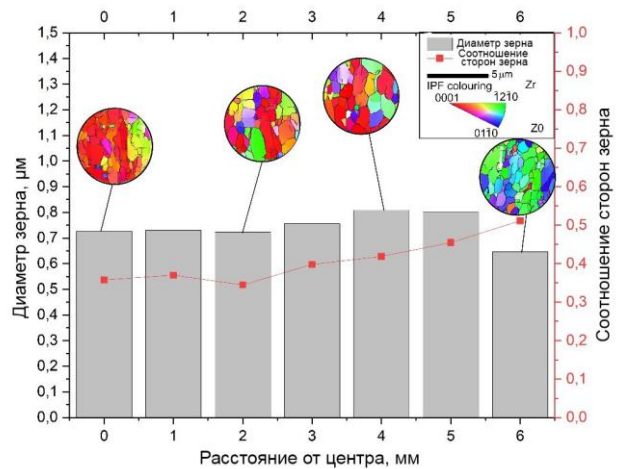


Рисунок 7. EBSD исследования структуры конечного образца по сечению

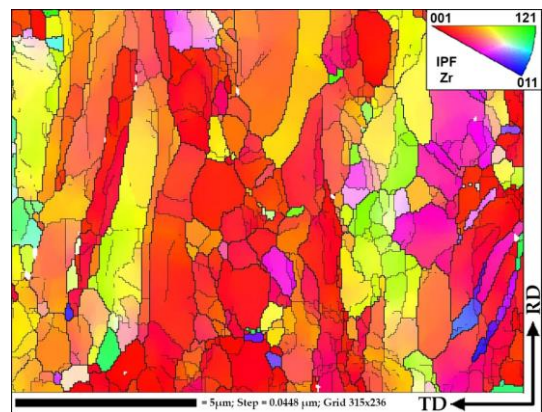


Рисунок 8. EBSD карта центральной области конечного образца

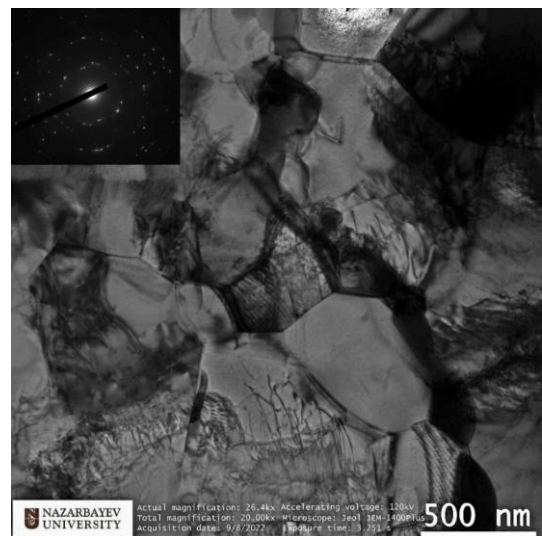


Рисунок 9. ПЭМ-характеризация структуры периферийной области конечного образца

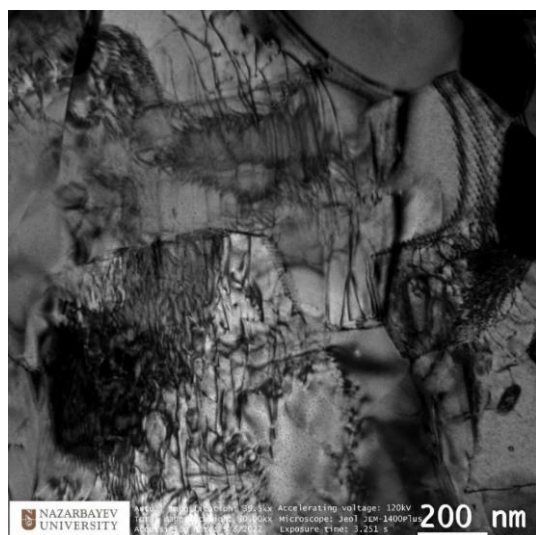


Рисунок 10. ПЭМ-характеризация особенностей тонкой структуры периферийной области конечного образца

4. Заключение

В работе была поставлена задача исследовать процессы изменения микроструктуры, происходящие в сравнительно больших объемных прутках под действием больших пластических деформаций. Такие большие уровни деформации обычно достижимы в процессе кручения маленьких дисков под высоким давлением, но сложно достижимы в больших объемных прутках, а поэтому мало исследованы. С этой целью была проведена последовательная обработка сплава Э110 на 2х станах радиально-сдвиговой прокатки используя все их возможности для достижения максимальной степени накопленной деформации.

1. На основании МКЭ-моделирования были построены графики накопленной деформации по проходам. 8 проходов на одном стане и 2 прохода на другом стане. После прокатки с 37 мм до 13 мм ($\epsilon = 185\%$), распределение накопленной деформации во всех случаях имеет градиентный характер с конечным максимумом (46 мм/мм) в периферийных областях и минимумом (25 мм/мм) в осевой. Такой уровень связан с преобладанием сдвиговых деформаций вследствие вихревого течения металла, что хорошо видно при моделировании. Применение второго стана позволяет существенно повысить уровень деформации.

2. После натурального эксперимента теплой прокатки (530°C) по смоделированному маршруту, сечение образцов было исследовано методами ЕБСД с высоким разрешением 1 мкм. Картирование показало наличие небольшого градиента от периферии к центру по размеру и по вытянутости зерен.

3. В периферийной зоне была получена очень качественная равноосная ультрамелкозернистая структура с большеугловыми границами, что кроме EBSD было подтверждено ПЭМ высокого разрешения. Тонкая структура зерен очень насыщена дислокациями, однако при этом, размер зерен соответствует полученному при меньших деформациях и зерна периферии не дробятся сильнее известных из литературы значений для этого и других способов.

4. Зерна осевой зоны представляют собой переходной тип структуры существенно отличаясь от известных из

источников по данному процессу. Вместо прокатной текстуры с длинными вытянутыми зернами и ножевыми границами, центральная зона представляет собой кластерные колонии мелких и ультрамелких зерен (0.3-1 мкм) с редкими большими зернами (до 2-3 мкм). Зерна внутри кластеров между собой имеют малоугловые границы, в то время как границы между кластерами большеугловые.

По результатам можно сделать следующее заключение.

- под действием больших теплых деформаций не происходит дополнительного измельчения уже измельченной до размера 300-600 нм области.

- вытянутая прокатная текстура центральной части прутка при существенном повышении накопленной деформации начинает преобразовываться в более равноосный вариант.

- текущего значения деформаций недостаточно для получения полностью гомогенного сечения, либо значительная роль процессов динамической рекристаллизации и деформационного разогрева.

- получена равноосная УМЗ структура в относительно большом объеме образца со сниженным градиентом к центру относительно известных работ.

Благодарность

Авторы выражают благодарность сотрудникам Лаборатории Электронной Микроскопии Офиса Коллективного Пользования Назарбаев Университета – Даниевой Нургуль и Рахиме Шаменовой, за помощь и содействие в проведении данной работы.

Работа выполнена в рамках финансируемой из государственного бюджета темы № AP08052429 “Разработка технологии получения и исследование перспектив применения ультрамелкозернистого циркония с улучшенными механическими свойствами и повышенной радиационной стойкостью в ядерной энергетике” программы “Грантовое финансирование молодых ученых по научным и (или) научно-техническим проектам на 2020-2022 годы” (Заказчик - Министерство Образования и науки Республики Казахстан).

Литература / References

- [1] Zinkle, S.J. & Was, G.S. (2013). Materials challenges in nuclear energy. *Acta Materialia*, 61(3), 735–758. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.004>
- [2] Valiev, R.Z., Alexandrov, I.V., Zhu, Y.T. & Lowe, T.C. (2002). Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed Bysevere Plastic Deformation. *Journal of Materials Research*, 17(1), 5–8. <https://doi.org/10.1557/JMR.2002.0002>
- [3] Edalati, K., Bachmaier, A., Beloshenko, V.A., Beygelzimer, Y., Blank, V.D., Botta, W.J., Bryła, K., Čížek, J., Divinski, S., Enikeev, N.A., Estrin, Y., Faraji, G., Figueiredo, R.B., Fuji, M., Furuta, T., Grosdidier, T., Gubicza, J., Hohenwarter, A., Horita, Z., ... Zhu, X. (2022). Nanomaterials by severe plastic deformation: Review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*, 10(4), 163–256. <https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779>
- [4] Nita, N., Schaeublin, R. & Victoria, M. (2004). Impact of irradiation on the microstructure of nanocrystalline mate-

- rials. *Journal of Nuclear Materials*, 329–333, 953–957. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.058>
- [5] Etienne, A., Radiguet, B., Cunningham, N.J., Odette, G. R., Valiev, R. & Pareige, P. (2011). Comparison of radiation-induced segregation in ultrafine-grained and conventional 316 austenitic stainless steels. *Ultramicroscopy*, 111(6), 659–663. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.12.026>
- [6] Valiev, R.Z., Islamgaliev, R.K. & Alexandrov, I.V. (2000). Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 45(2), 103–189. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9)
- [7] Prithivirajan, S., Naik, G.M., Narendranath, S. & Desai, V. (2023). Recent progress in equal channel angular pressing of magnesium alloys starting from Segal’s idea to advancements till date – A review. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 6(1), 82–107. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2022.08.001>
- [8] Valiev, R.Z. & Langdon, T.G. (2006). Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51(7), 881–981. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003>
- [9] Cimiorek, M., Chromiński, W., Jasiński, C., & Lewandowska, M. (2022). Microstructural changes and formability of Al–Mg ultrafine-grained aluminum plates processed by multi-turn ECAP and upsetting. *Materials Science and Engineering: A*, 831, 142202. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142202>
- [10] Tolkushkin, A.O., Lezhnev, S.N. & Naizabekov, A.B. (2019). Development and Research of the Billet Forging Technology in the Newly Designed Step-Wedge Dies. *Materials Science Forum*, 946, 750–754. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.946.750>
- [11] Li, Z., Ding, H., Huang, Y. & Langdon, T.G. (2022). An Evaluation of the Mechanical Properties, Microstructures, and Strengthening Mechanisms of Pure Mg Processed by High-Pressure Torsion at Different Temperatures. *Advanced Engineering Materials*, 24(10), 2200799. <https://doi.org/10.1002/adem.202200799>
- [12] Jiang, L. (2008). Texture, microstructure and mechanical properties of equiaxed ultrafine-grained Zr fabricated by accumulative roll bonding. *Acta Materialia*, 56(6), 1228–1242. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.11.017>
- [13] Naizabekov, A.B., Volokitina, I.E., Volokitin, A.V. & Panin, E.A. (2019). Structure and Mechanical Properties of Steel in the Process “Pressing–Drawing”. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(3), 1762–1771
- [14] Shahbaz, M., Pardis, N., Ebrahimi, R. & Talebanpour, B. (2011). A novel single pass severe plastic deformation technique: Vortex extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, 530, 469–472. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.09.114>
- [15] Diez, M., Kim, H.-E., Serebryany, V., Dobatkin, S. & Estrin, Y. (2014). Improving the mechanical properties of pure magnesium by three-roll planetary milling. *Materials Science and Engineering: A*, 612, 287–292. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.06.061>
- [16] Naizabekov, A.B., Lezhnev, S.N., Dyja, H., Gusseyenov, N. & Nemkaeva, R. (2017). The Effect of Cross Rolling on the Microstructure of Ferrous and Non-Ferrous Metals and Alloys. *Metallurgija*, 56(1–2), 199–202
- [17] Galkin, S.P. (2004). Regulating radial-shear and screw rolling on the basis of the metal trajectory Galkin. *Steel in Translation*, 34(7), 57–60
- [18] Galkin, S.P. (2014). Radial shear rolling as an optimal technology for lean production. *Steel in Translation*, 44, 61–64
- [19] Gordienko, A.I., Pochivalov, Yu.I., Vlasov, I.V. & Mishin, I.P. (2022). Structure Formation and Mechanical Properties of Low-Carbon Steel After Lengthwise and Cross Rolling. *Russian Physics Journal*, 64(10), 1899–1906. <https://doi.org/10.1007/s11182-022-02539-y>
- [20] Surikova, N.S., Vlasov, I.V., Derevyagina, L.S., Gordienko, A.I., & Narkevich, N.A. (2021). Influence of cross-screw rolling modes on mechanical properties and fracture toughness of pipe steel. *Izvestiya: Ferrous Metallurgy*, 64(1), 28–37. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-1-28-37>
- [21] Skripalenko, M.M., Romantsev, B.A., Galkin, S.P., Kaputkina, L.M., Skripalenko, M.N., Danilin, A.V. & Rogachev, S.O. (2020). Forming Features at Screw Rolling of Austenitic Stainless-Steel Billets. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29(6), 3889–3894. <https://doi.org/10.1007/s11665-020-04831-9>
- [22] Panin, S., Vlasov, I., Moiseenko, D., Maksimov, P., Maruschak, P., Yakovlev, A., Gomorova, J., Mishin, I. & Schmauder, S. (2021). Increasing Low-Temperature Toughness of 09Mn2Si Steel through Lamellar Structuring by Helical Rolling. *Metals*, 11(2), 352. <https://doi.org/10.3390/met11020352>
- [23] Panin, S., Vlasov, I., Maksimov, P., Moiseenko, D., Maruschak, P., Yakovlev, A., Schmauder, S. & Berto, F. (2020). Increasing Fatigue Life of 09Mn2Si Steel by Helical Rolling: Theoretical–Experimental Study on Governing Role of Grain Boundaries. *Materials*, 13(20), 4531. <https://doi.org/10.3390/ma13204531>
- [24] Naizabekov, A.B., Lezhnev, S.N. & Panin, E.A. (2021). Formation of a gradient structure in austenitic stainless steel aisi 321 by radial-shear rolling. *Solid State Phenomena*, 316 SSP, 246–251
- [25] Skripalenko, M.M., Karpov, B.V., Skripalenko, M.N., Romantsev, B.A., Galkin, S.P., Kaputkina, L.M., Yusupov, V.S., & Cheverikin, V.V. (2021). Radial-Shear Rolling of Titanium Alloy Billets with Flat and Profiled Ends. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021(13), 1681–1684. <https://doi.org/10.1134/S0036029521130279>
- [26] Ta Dinh Xuan, Sheremetyev, V. A., Kudryashova, A. A., Galkin, S. P., Andreev, V. A., Prokoshkin, S. D., & Brailovski, V. (2020). Influence of the Combined Radial Shear Rolling and Rotary Forging on the Deformation Mode of the Small-Diameter Rod Billet Made of Titanium Alloys. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 61(3), 271–279. <https://doi.org/10.3103/S1067821220030165>
- [27] Stefanik, A., Szota, P., Mróz, S. & Wachowski, M. (2022). Changes in the Properties in Bimodal Mg Alloy Bars Obtained for Various Deformation Patterns in the RSR Rolling Process. *Materials*, 15(3), 954. <https://doi.org/10.3390/ma15030954>
- [28] Dobatkin, S., Galkin, S., Estrin, Y., Serebryany, V., Diez, M., Martynenko, N., Lukyanova, E. & Perezhogin, V. (2019). Grain refinement, texture, and mechanical properties of a magnesium alloy after radial-shear rolling. *Jour-*

- nal of Alloys and Compounds, 774, 969–979. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.065>
- [29] Akopyan, T.K., Gamin, Y.V., Galkin, S.P., Prosviryakov, A.S., Aleshchenko, A.S., Noshin, M.A., Koshmin, A.N. & Fomin, A.V. (2020). Radial-shear rolling of high-strength aluminum alloys: Finite element simulation and analysis of microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 786, 139424. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139424>
- [30] Arbuz, A., Kawalek, A., Ozhmegov, K., Dyja, H., Panin, E., Lepsibayev, A., Sultanbekov, S. & Shamenova, R. (2020). Using of Radial-Shear Rolling to Improve the Structure and Radiation Resistance of Zirconium-Based Alloys. *Materials*, 13(19), 4306. <https://doi.org/10.3390/ma13194306>
- [31] Gamin, Yu.V., Galkin, S.P., Nguyen, X.D. & Akopyan, T.K. (2022). Analysis of Temperature-Deformation Conditions for Rolling Aluminum Alloy Al–Mg–Sc Based on FEM Modeling. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 63(4), 417–425. <https://doi.org/10.3103/S1067821222040071>
- [32] Sheremetyev, V., Kudryashova, A., Cheverikin, V., Korotitskiy, A., Galkin, S., Prokoshkin, S. & Brailovski, V. (2019). Hot radial shear rolling and rotary forging of metastable beta Ti-18Zr-14Nb (at. %) alloy for bone implants: Microstructure, texture and functional properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 800, 320–326. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.041>
- [33] Gamin, Yu.V., Muñoz Bolaños, J.A., Aleschenko, A.S., Komissarov, A.A., Bunits, N.S., Nikolaev, D.A., Fomin, A.V. & Cheverikin, V.V. (2021). Influence of the radial-shear rolling (RSR) process on the microstructure, electrical conductivity and mechanical properties of a Cu–Ni–Cr–Si alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 822, 141676. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141676>
- [34] Bikmukhametova, A., Galieva, E., Valeev, I., Klassman, E., Musabirov, I. & Valitov, V. (2021). The influence of radial shear rolling on the structure and properties of 58Ni–Cr–Mo–B–Al–Cu superalloy. *Letters on Materials*, 11(4s), 566–570. <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-4-566-570>
- [35] Galkin, S.P., Gamin, Y.V. & Kin, T.Yu. (2022). Analysis of Temperature Influence on Strain–Speed Parameters of Radial-Shear Rolling of Al–Zn–Mg–Ni–Fe Alloy. *Materials*, 15(20), 7202. <https://doi.org/10.3390/ma15207202>
- [36] Ünlü, N. (2008). Preparation of high-quality Al TEM specimens via a double-jet electropolishing technique. *Materials Characterization*, 59(5), 547–553. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.04.003>
- [37] Voort, G.V., Geertruyden, W.V., Dillon, S. & Manilova, E. (2006). Metallographic Preparation for Electron Backscattered Diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, 12(S02), 1610–1611. <https://doi.org/10.1017/S1431927606069327>
- [38] Panin, E. (2020). ZIRCONIUM_Zr-1%Nb. Mendeley Data, V1. <https://doi.org/10.17632/PG9WFWDXMZ.1>

РСП әдісімен Э110 цирконий қорытпасының тең осьті ультра ұсақ түйіршікті құрылымын қалыптастыруға металдың үлкен ығысу деформациялары мен құйынды ағынының әсерін зерттеу

Н. Лутченко¹, А. Арбуз^{1*}, А. Кавалек², К. Ожмегов², Е. Панин³, М. Магжанов⁴, Ф. Попов³

¹Назарбаев университеті, Астана, Қазақстан

²Ченстохова технология университеті, Ченстохова, Польша

³Қарағанды индустриялық университеті, Теміртау, Қазақстан

⁴Ө. Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан

*Корреспонденция үшін автор: alexandr.arbuz@nu.edu.kz

Андатпа. Жұмыста үлкен пластикалық деформациялардың әсерінен салыстырмалы түрде үлкен көлемді шыбықтарда болатын микроқұрылымның өзгеру процестерін зерттеу міндеті қойылды. Мұндай үлкен деформация деңгейлеріне әдетте жоғары қысымды шағын жалпақ дискілерді бұрау процесінде қол жеткізуге болады, бірақ үлкен көлемді штангаларда қол жеткізу қиын. Радиалды сдысу әдісі металдың құйынды ағынымен үйлескенде салыстырмалы ультра жоғары деформация дәрежесіне (~45 мм/мм) қол жеткізуге мүмкіндік береді. Э110 цирконий қорытпасын экстремалды жағдайларда 2 радиалдыығысу илемдеу станында сериялық илемдеу жүргізілді, жалпы диаметрі $\varepsilon = 185\%$ және максималды жинақталған деформация = 46 мм/мм. деформация деңгейін бағалау және оның көлденең қимасы бойынша таралуы үшін Deform-3D форматында МКЭ-модельдеу жүргізілді. алынған құрылым электронды микроскопия әдістерімен зерттелді (ПАМ/СЭМ). Ebsd-де 1 мм ажыратымдылықтағы құрылымды егжей-тегжейлі зерттеу жүргізілді. Тең осьті ультра ұсақ түйіршікті құрылым басым болатын кішігірім деформацияларды қолданумен салыстырғанда айтарлықтай айқын емес градиент құрылымы табылды.

Негізгі сөздер: радиалды ығысу илемдеу, ультра ұсақ түйіршікті құрылым, цирконий қорытпасы, градиент құрылымы, қарқынды пластикалық деформация, үлкен деформациялар, компьютерлік модельдеу.

Изучение влияния больших сдвиговых деформаций и вихревого течения металла на формирование равноосной ультрамелкозернистой структуры циркониевого сплава Э110 методом РСП

Н. Лутченко¹, А. Арбуз^{1*}, А. Кавалек², К. Ожмегов², Е. Панин³, М. Магжанов⁴, Ф. Попов³

¹Назарбаев Университет, Астана, Казахстан

²Ченстоховский Университет Технологии, Ченстохова, Польша

³Карагандинский Индустриальный Университет, Темиртау, Казахстан

⁴Карагандинский Технический Университет им. А.Сагинова, Караганда, Казахстан

*Автор для корреспонденции: alexandr.arbuz@nu.edu.kz

Аннотация. В работе была поставлена задача исследовать процессы изменения микроструктуры, происходящие в сравнительно больших объемных прутках под действием больших пластических деформаций. Такие большие уровни деформации обычно достижимы в процессе кручения маленьких плоских дисков под высоким давлением, но сложно достижимы в больших объемных прутках. Способ радиально-сдвиговой прокатки позволяет достичь сопоставимых сверхвысоких степеней деформации (~45 мм/мм) в комбинации с вихревым течением металла. Была проведена последовательная прокатка циркониевого сплава Э110 в экстремальных условиях на 2х станах радиально-сдвиговой прокатки с общим обжатием по диаметру $\varepsilon = 185\%$ и максимальной накопленной деформацией = 46 мм/мм. Для оценки уровня деформации и распределения её по сечению было проведено МКЭ-моделирование в Deform-3D. Полученная структура исследована методами электронной микроскопии (ПЭМ/СЭМ). Было выполнено детализированное исследование структуры на EBSD по сечению с разрешением 1 мкм. Была обнаружена не сильно выраженная по сравнению с применением меньших деформаций градиентная структура с преобладанием равноосной ультрамелкозернистой структуры.

Ключевые слова: радиально-сдвиговая прокатка, ультрамелкозернистая структура, циркониевый сплав, градиентная структура, интенсивная пластическая деформация, большие деформации, компьютерное моделирование.