

Received: 28.10.2023

Revised: 04.12.2023

Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.045-064

APPLICATION OF MICROINDENTATION TO THE EVALUATION OF STRAIN DISTRIBUTION OVER THE SECTION OF EXTRUDED ALUMINUM ALLOY BARS

V. P. Shveikin^{1, 2, a)}, I. S. Kamantsev^{1, b)}, N. B. Pugacheva^{1, 2, c)}, S. M. Zadvorkin^{1, d)},
E. I. Senaeva^{1, 2, e), *}, A. V. Razinkin^{3, f)}, T. V. Maltseva^{2, 3, g)}, N. A. Kalinina^{1, 3, h)}, T. M. Bykova^{1, 2, i)},
P. A. Skorynina^{1, j)}, and E. A. Putilova^{1, k)}

¹*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia*

²*Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia*

³*Kamensk-Uralsky Metallurgical Works JSC,
5 Zavodskaya St., Sverdlovsk Region, Kamensk-Uralsky, 623405, Russia*

- a)  <https://orcid.org/0000-0002-9316-1369>  shveikin60@mail.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  ks@imach.uran.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
e)  <https://orcid.org/0000-0001-8625-2310>  nata5-4@yandex.ru;
f)  <https://orcid.org/0009-0006-2851-227X>  razinkinav@kumz.ru;
g)  <https://orcid.org/0000-0002-4607-6612>  for_mtv01@mail.ru;
h)  <https://orcid.org/0009-0002-2835-8429>  Kalinina_NA@mail.ru;
i)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru;
j)  <https://orcid.org/0000-0002-8904-7600>  polina.skorynina@mail.ru;
k)  <https://orcid.org/0000-0002-8508-8413>  tuevaevgenya@mail.ru

*Corresponding author. E-mail: nata5-4@yandex.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia

Tel.: +7 (343) 362-3043, fax: +7 (343) 374-5330

The paper proposes to supplement the monitoring of strain uniformity over the cross-section of extruded aluminum alloy bars, based on the macro- and microstructure in the central part, at $\frac{1}{2}$ radius, and in the surface zone in several cross-sections along the length of press products, with microindentation of these sections. For this purpose, the microstructure, the loading diagram, and the pattern of the distribution of micromechanical properties across the cross-section of extruded bars made of the AD33 and D16 aluminum alloys are comparatively analyzed. These alloys differ in that in one alloy, AD33, the alloying elements strengthen the aluminum-based solid solution without forming independent phases, and in the other, D16, they form strengthening intermetallic compounds Al_2CuMg . The microhardness of the AD33 alloy is ~ 55 HV 0.1, that of the D16 alloy being 120 HV 0.1. The alloys differ in the distribution of micromechanical properties over both the transverse and longitudinal sections of the extruded bars. It has been found that maximum homogeneity is characteristic of the central part of the rods made of both alloys. The microindentation data correlate with the changes in the microstructure and the results of assessing the distribution of microstrains in the crystal lattice of an aluminum-based solid solution over the cross-section of extruded products by EBSD using recrystallization maps. This makes it possible to recommend the mi-

croindentation method for assessing the distribution of strains over the cross-section of extruded aluminum alloy bars.

Keywords: aluminum alloys, compaction, microstructure, instrumented indentation, micromechanical properties, deformation, recrystallization, strength, moldability

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment for the IES UB RAS. The equipment of the Plastometriya shared research facilities at the IES UB RAS was used in the research.

References

1. Livanov, V.A., ed. *Struktura i svoystva polufabrikatov iz alyuminievykh splavov* [Structure and Properties of Semi-Finished Products from Aluminum Alloys, series Aluminum Alloys: Handbook]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1974, 432 p. (In Russian).
2. Gun, G.Ya., Yakovlev, V.I., and Prudkovsky, B.A. *Pressovanie alyuminievykh splavov* [Pressing of Aluminum Alloys]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1974, 362 p. (In Russian).
3. Ermanok, M.Z., Feigin, V.I., and Sukhorukov, N.A. *Pressovanie profiley iz alyuminievykh splavov* [Extrusion of Aluminum Alloy Profiles]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1977. (In Russian).
4. Kuzmenko, V.A. *Pressovanie alyuminievykh splavov* [Pressing of Aluminum Alloys]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1986, 108 p. (In Russian).
5. Raitbarg, L.Kh. *Proizvodstvo pressovannykh profiley* [Production of Pressed Profiles]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1984, 264 p. (In Russian).
6. Perlin, I.L. and Reitbarg, L.Kh. *Teoriya pressovaniya metallov* [Theory of the Pressing of Metals]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1975, 448 p. (In Russian).
7. Kolachev, B.A., Elagin, V.I., and Livanov, B.A. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka tsvetnykh metallov i splavov* [Metallurgy and Heat Treatment of Non-Ferrous Metals and Alloys, 4th ed.]. MISiS Publ., Moscow, 2005, 432 p. (In Russian).
8. Teleshov, V.V., Snegireva, L.A., and Zakharov, V.V. On the influence of some processing factors on the structure and properties of large-sized extruded semiproducts. *Tekhnologiya Legkikh Splavov*, 2022, 1, 10–21. DOI: 10.24412/0321-4664-2022-1-10-21. (In Russian).
9. Loginov, Yu.N. and Degtyareva, O.F. Influence of the stage of pressing out of a hollow aluminum alloy ingot on the process of subsequent pressing. *Kuznechno-Shtampovochnoye Proizvodstvo. Obrabotka Materialov Davleniyem*, 2007, 7, 37–42. (In Russian).
10. Loginov, Yu.N., Razinkin, A.V., Shimov, G.V., Maltseva, T.V., Bushueva, N.I., Dymshakova, E.G., and Kalinina, N.A. Structure and strain state of aluminum bars at the initial phase of extrusion. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya*, 2023, 29 (2), 29–37. DOI: 10.17073/0021-3438-2023-2-29-37. (In Russian).
11. Loginov, Yu.N. and Antonenko, L.V. Study of the stress-strain state to prevent the formation of longitudinal cracks in pressed pipes. *Tsvetnyye Metally*, 2010, 5, 119–122. (In Russian).
12. Danilin, A.V., Danilin, V.N., and Romantsev, B.A. Predicting the type of structure after pressing in products made of hard-to-form aluminum alloys based on the results of mathematical modeling. *Kuznechno-Shtampovochnoye Proizvodstvo. Obrabotka Materialov Davleniyem*, 2019, 1, 26–38. (In Russian).
13. Berndt, N., Frint, P., Bohme, M., Muller, S., and Wagner, M.F.-X. On radial microstructural variations, local texture and mechanical gradients after cold extrusion of commercially pure aluminum. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 850, 143496. DOI: 10.1016/j.msea.2022.143496.

14. Hambli, R. and Badie-Levet, D. Damage and fracture simulation during the extrusion processes. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 2000, 186, 1, 109–120. DOI: 10.1016/S0045-7825(99)00109-7.
15. Golovin, Yu.I. *Nanoindentirovanie i ego vozmozhnosti* [Nanoindentation and Its Capabilities]. Mashinostroenie Publ., Moscow, 2009, 312 p. (In Russian).
16. Petrzhik, M.I. and Levashov, E.A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing. *Crystallography Reports*, 2007, 52, 966–974. DOI: 10.1134/S1063774507060065.
17. Smirnov, S.V., Pugacheva, N.B., Tropotov, A.V., and Soloshenko, A.N. Resistance to deformation of structural constituents of a high-alloy brass. *Physics of Metals and Metallography*, 2001, 91 (2), 210–215.
18. ISO 14577-2:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2 (has been revised by ISO 14577-1:2015).
19. Oliver, W.C. and Pharr, J.M. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, 7 (6), 1564–1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
20. Smirnov, S.V. and Smirnova, E.O. A technique for determining coefficients of the “stress–strain” diagram by nanoscratch test results. *Journal of Materials Research*, 2014, 29, 1730–1736. DOI: 10.1557/jmr.2014.188.
21. Golovin, Yu.I. *Zondovye nanotekhnologii* [Probe Nanotechnologies, ch. 5]. In: D.L. Merson, ed. *Advanced Materials. Structures and Methods of Study*, TGU, MISiS Publ., Moscow, 2006, pp. 149–246. (In Russian).
22. Leyland, A. and Matthews, A. On the significance of the H/E Ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimized tribological behavior. *Wear*, 2000, 246 (1–2), 1–11. DOI: 10.1016/S0043-1648(00)00488-9.
23. Makarov, A.V., Korshunov, L.G., Malygina, I.Yu., and Osintseva, A.L. Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A. *Physics of Metals and Metallography*, 2007, 103 (5), 507–518. DOI: 10.1134/S0031918X07050110.
24. Savrai, R.A., Skorynina, P.A., Makarov, A.V., and Osintseva, A.L. Effect of liquid carburizing at lowered temperature on the micromechanical characteristics of metastable austenitic steel. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, 121 (10), 1015–1020. DOI: 10.1134/S0031918X20100105.
25. Pugacheva, N.B., Nikolin, Y.V., Bykova, T.M., and Senaeva, E.I. Structure and properties of a SHS Cu–Ti–C–B composite. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, 123, 43–49. DOI: 10.1134/S0031918X22010100.
26. Wilkinson, A.J., Meaden, G., and Dingley, D.J. High resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 2006, 106 (4–5), 307–313. DOI: 10.1016/j.ultramicro.2005.10.001.
27. Davis, A.E., Hönnige, J.R., Martina, F., and Prangnell, P.B. Quantification of strain fields and grain refinement in Ti-6Al-4V inter-pass rolled wire-arc AM by EBSD misorientation analysis. *Materials Characterization*, 2020, 170, 110673. DOI: 10.1016/j.matchar.2020.110673.
28. Schwarzer, R.A., Field, D.P., Adams, B.L., Kumar, M., and Schwartz, A.J. Present state of electron backscatter diffraction and prospective developments. In: *Electron Backscatter Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Springer, Berlin, 2009, pp. 1–20.
29. Arsenlis, A. and Parks, D. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, 1999, 47, 1597–1611. DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00020-8.

30. Kamaya, M., Wilkinson, A.J., and Titchmarsh, J.M. Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction. *Acta Materialia*, 2006, 54 (2), 539–548. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.08.046.
31. Maurice, C. and Fortunier, R.A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *Journal of Microscopy*, 2008, 230, 520–529. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x.
32. Rusakov, A.A. *Rentgenografiya metallov* [Radiography of Metals]. Atomizdat Publ., Moscow, 1977, 480 p. (In Russian).
33. Mirkin, L.I. *Rentgenostrukturnyi kontrol mashinostroitelnykh materialov: spravochnik* [X-Ray Structural Control of Machine-Building Materials]. MGU Publ., Moscow, 1976, 134 p. (In Russian).
34. ISO 14577-2:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2: Verification and calibration of testing machines. – 2015.
35. Maltsev, V.M. *Metallografiya promyshlennykh tsvetnykh metallov i splavov* [Metallography of Industrial Non-Ferrous Metals and Alloys]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1970, 364 p. (In Russian).
36. Samsonov, G.V., ed. *Svoystva elementov. Fizicheskie svoystva* [Properties of Elements. Physical Properties, part 1: reference book]. Metallurgiya Publ. Moscow, 1976, 600 p. (In Russian).
37. Gorelik, S.S., Dobatkin, S.V., and Kaputkina, L.M. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of Metals and Alloys]. MISiS Publ., Moscow, 2005, 432 p. (In Russian).

Подана в журнал: 28.10.2023

УДК 669.135: 620.186:620.17

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.045-064

ПРИМЕНЕНИЕ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФОРМАЦИЙ ПО СЕЧЕНИЮ ПРЕССОВАННЫХ ЗАГОТОВОК ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

В. П. Швейкин^{1, 2, а)}, И. С. Каманцев^{1, б)}, Н. Б. Пугачева^{1, 2, в)}, С. М. Задворкин^{1, г)},
Е. И. Сенаева^{1, 2, д), *}, А. В. Разинкин^{3, е)}, Т. В. Мальцева^{2, 3, ж)}, Н. А. Калинина^{1, 3, з)},
Т. М. Быкова^{1, 2, и)}, П. А. Скорынина^{1, к)}, Е. А. Путилова^{1, л)}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения имени Э. С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620049, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002, Россия

³ОАО «Каменск-Уральский металлургический завод»,
ул. Заводская, 5, Свердловская область, г. Каменск-Уральский, 623405, Россия

- а)  <https://orcid.org/0000-0002-9316-1369>  shveikin60@mail.ru;
б)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  ks@imach.uran.ru;
в)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;
г)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
д)  <https://orcid.org/0000-0001-8625-2310>  nata5-4@yandex.ru;
е)  <https://orcid.org/0009-0006-2851-227X>  razinkinav@kumz.ru;
ж)  <https://orcid.org/0000-0002-4607-6612>  for_mtv01@mail.ru;
з)  <https://orcid.org/0009-0002-2835-8429>  Kalinina_NA@mail.ru;
и)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru;
к)  <https://orcid.org/0000-0002-8904-7600>  polina.skorynina@mail.ru;
л)  <https://orcid.org/0000-0002-8508-8413>  tuevaevgenya@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: nata5-4@yandex.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия
Тел.: +7 (343) 362-30-23, факс: +7 (343) 374-53-30

Предложено дополнить текущий контроль степени однородности деформации по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов, выполняемый по макро- и микро-структуре в центральной части, на 1/2 радиуса и в поверхностной зоне в нескольких поперечных сечениях по длине пресс-изделий, микроиндентированием этих участков. Для этого проведен сравнительный анализ микроструктуры, диаграммы нагружения и характера распределения показателей микромеханических свойств по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов АД33 и Д16. Эти сплавы отличаются тем, что в одном (АД33) легирующие элементы упрочняют твердый раствор на основе алюминия и не образуют самостоятельных фаз, а в другом (Д16) образуют упрочняющие интерметаллиды Al₂CuMg. Микро-твердость сплава АД33 составила ~55 HV 0,1, а сплава Д16 – 120 HV 0,1. Исследованные сплавы отличаются распределением показателей микромеханических свойств как по поперечному, так и по продольному сечению прессованных заготовок. Установлено, что максимальная однородность характерна для центральной части прутков из обоих сплавов. Данные микроиндентирования коррелируют с изменениями микроструктуры и результатами оценки

распределения микродеформаций кристаллической решетки твердого раствора на основе алюминия по сечению пресс-изделий методом дифракции отраженных электронов по картам рекристаллизации, что позволяет рекомендовать метод микроиндентирования для оценки распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, прессование, микроструктура, инструментальное индентирование, микромеханические свойства, деформация, рекристаллизация, прочность, пластичность

1. Введение

При производстве заготовок из алюминиевых сплавов наиболее распространены в промышленности методы прессования [1–3]. Это обусловлено, прежде всего, возможностью получения заготовок разного профиля в зависимости от формы матрицы, а также преимуществами всестороннего неравномерного сжатия в ходе обработки давлением [2–4]. Известно [4–6], что деформация при прессовании, особенно в начальной стадии процесса, является неравномерной, что приводит к существенным различиям механических свойств по сечению заготовок (преимущественно больших размеров) [1, 7]. Начальную стадию прессования, которая начинается с заполнения металлом контейнера пресса, называют нестационарной [8, 9]. Выдавливание через матрицу передней части прутка сопровождается постепенным увеличением уровня проникновения деформации внутрь металла [10]. Поскольку в этот период уровень сжимающих напряжений еще недостаточно велик, возможно появление трещин в заготовке [11]. Когда происходит стабилизация деформаций металла заготовки, наступает стационарная стадия, при которой структура и свойства сплава распределены равномерно по длине заготовки [12], хотя по поперечному сечению возможна неоднородность [13]. На периферии пресс-изделия всегда наблюдается значительная деформация, которая может привести к появлению поверхностных дефектов [14]. В производственных условиях важно грамотно реализовать текущий контроль степени однородности деформации по сечению заготовок в процессе прессования. Отчасти это достигается контролем макро- и микроструктуры в центральной части, на $1/2$ радиуса и в поверхностной зоне на поперечных сечениях пресс-изделий. Но определение только структурных изменений не позволяет оценить однородность деформаций. В этой связи представляется перспективным применение метода инструментального индентирования для оценки характера распределения деформаций по сечению пресс-заготовки из алюминиевого сплава.

В ходе инструментального индентирования при вдавливании индентора, как и при растяжении образца, вначале возникает упругая деформация в испытуемом материале, а затем появляются признаки пластической деформации, формируется остаточный отпечаток, который уже не исчезает после снятия нагрузки. Возникновение и увеличение пластической деформации при вдавливании, как и при растяжении, связано с образованием и перемещением дислокаций, плотность которых возрастает по мере увеличения нагрузки на индентор и диаметра отпечатка [15, 16]. Если перед индентированием сплав уже в значительной степени деформирован, то это затруднит движение дислокаций при внедрении индентора. Поэтому степень деформации сплава после прессования будет существенно влиять на результаты инструментального индентирования. Вследствие контактного характера приложения нагрузки объем материала под индентором испытывает сопротивление окружающих объемов и находится в состоянии всестороннего сжатия. Это самое мягкое из реализуемых в практике механических испытаний напряженных состояний (за исключением специальных испытаний на сжатие под гидростатическим давлением), поэтому даже очень хрупкие материалы при измерении твердости вдавливанием не разрушаются и дают «пластический» отпечаток [16, 17].

Метод инструментального индентирования давно используется для контроля и диагностики качества сплавов и композитов. Порядок проведения испытаний и определения микромеханических свойств регламентирован международным стандартом ISO 14577-1:2002 [18]. По данным непрерывного индентирования можно восстанавливать кривые активного деформирования и ползучести материалов, не поддающихся пластическому деформированию в макроопытах из-за опережающего квазихрупкого разрушения (керамик, минеральных и металлических стекол, карбидов, нитридов, боридов тугоплавких металлов и т. д.) [19, 20]. Этим методом также определяют характеристики подвижности дислокаций в кристаллических материалах и коэффициент вязкости разрушения (по размерам трещин вокруг отпечатка и величине силы вдавливания). Путем многократного нагружения одной и той же области или нанесения наноцарапин моделируют процессы износа и усталости в приповерхностных слоях, изучают фазовые переходы, индуцированные высоким гидростатическим давлением под индентором, исследуют зависящие от времени характеристики материала и коэффициенты скоростной чувствительности механических свойств как на стадии погружения, так и на стадии вязкоупругого восстановления отпечатка после разгрузки [21]. Методом наноиндентирования можно также оценивать пористость материала, величину и распределение внутренних напряжений, толщину, степень адгезии и механические свойства тонких слоев и покрытий, исследовать структуру многофазных материалов, определять модули упругости, скорость звука и анизотропию механических свойств [22–25].

Для оценки распределения микродеформаций в объеме сплавов успешно используют метод EBSD-анализа, позволяющий определять величину поворота кристаллической решетки, напрямую связанную с плотностью дислокаций [26, 27]. Этот метод позволяет определить локальные деформации на заданном участке поверхности шлифа, причем возможно картирование распределений деформаций с высоким пространственным разрешением и хорошей чувствительностью [28–31]. Немаловажным является тот факт, что EBSD-анализ избавляет от необходимости приготовления образцов в виде тонких фольг для анализа методом дифракции электронов в сходящемся пучке.

Цель работы заключалась в обосновании применения метода инструментального микроиндентирования для оценки распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов по результатам сравнительного анализа диаграмм нагружения и распределения показателей микромеханических свойств по сечению прессованных заготовок из сплавов АД33 и Д16 и сопоставлении полученных результатов с данными EBSD-анализа.

2. Материалы и методы исследования

2.1. Материалы

Материалами исследования были образцы из алюминиевых сплавов АД33 (аналог сплава 6061 по стандарту ASTM системы Al–Mg–Si) и Д16 (аналог сплава 2024 системы Al–Cu–Mg). Химические составы исследованных сплавов приведены в таблице 1.

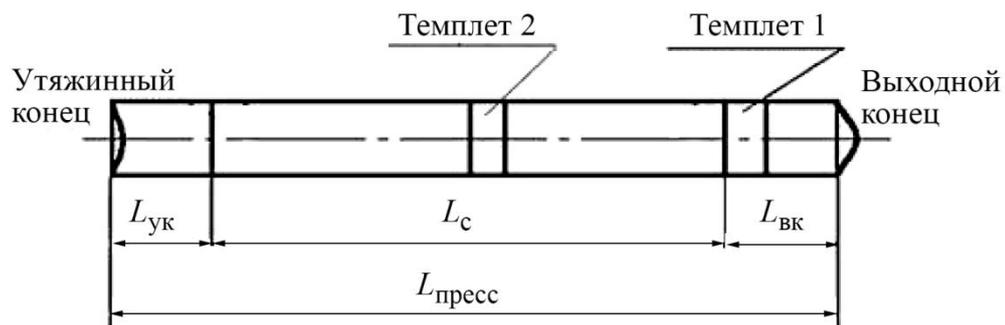
Таблица 1

Химический состав алюминиевых сплавов АД33 и Д16, масс. %

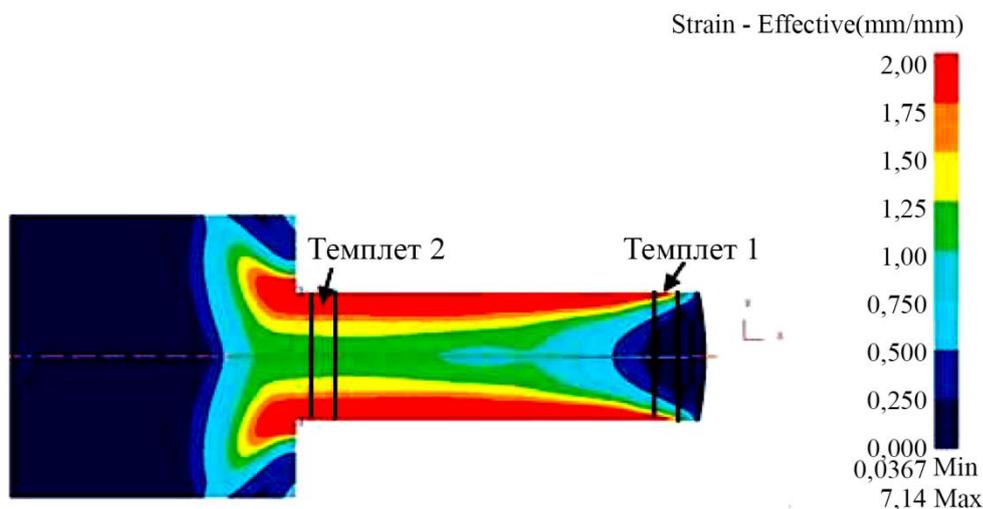
Сплав	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Si	Cr	Ti
АД33 (6033)	0,58	6,17	0,19	0,1	0,02	0,60	0,14	0,06
Д16 (2024)	0,20	4,20	0,40	1,5	0,09	0,07	0,01	0,07

Исследовали образцы, вырезанные из прутков после непрерывного литья, а также после прессования в соответствии с технологической документацией и в условиях ОАО «Каменск-

Уральский металлургический завод» на прессе с номинальным усилием 120 МН из слитков диаметром 800 мм с получением прутка диаметром 355,6 мм. Прессование производили прямым методом без применения смазки. Нагрев слитков перед прессованием до температур 470–480 °С производился в двухкамерных печах конвейерного типа. Относительное обжатие в таком процессе равно 80 %, а коэффициент вытяжки – 5,06. Темплеты для исследований вырезали из выходного конца, образующегося в нестационарных условиях деформации, и из средней части пресс-изделий, где поля деформации стабилизируются. Схема вырезки показана на рисунке 1 а. В каждом темплете образцы вырезали из центральной части, на 1/2 радиуса и вблизи поверхности. Выполненное ранее численное моделирование процесса прессования прутка из алюминиевого сплава АД33 позволяет оценить характер распределения степени деформации по сечению пресс-изделия и в выбранных для исследования темплетях (рис. 1 б).



а



б

Рис. 1. Схема вырезки образцов для исследований из пресс-изделия (а) и распределение степени деформации по сечению прутка по результатам численного моделирования (б) [10]:

$L_{\text{пресс}}$ – прессуемая длина изделия; $L_{\text{с}}$ – сдаточная длина изделия; $L_{\text{вк}}$ – длина выходного конца, отрезаемого в отходы; $L_{\text{ук}}$ – длина утяжинного конца, отрезаемого в отходы

2.2. Методы исследования

Микроструктуру сплавов исследовали на оптическом микроскопе Neophot 21. Фазовый состав сплавов определяли по результатам рентгеновской съемки на дифрактометре Shimadzu XRD 7000 в монохроматизированном $K\alpha$ -излучении хрома. Параметр решетки

твердого раствора на основе алюминия рассчитывали по формуле Вульфа – Брэгга [32, 33] для рефлексов (111) с углом дифракции в $K\alpha$ -излучении хрома $\Theta \cong 29,5^\circ$, (200) с углом дифракции $\Theta \cong 34,5^\circ$, (220) с углом дифракции $\Theta \cong 53,3^\circ$, (311) с углом дифракции $\Theta \cong 69,8^\circ$, (222) с углом дифракции $\Theta \cong 78,5^\circ$ и последующей экстраполяцией полученных величин на угол $\Theta = 90^\circ$, при котором погрешность определения параметра решетки минимальна.

Для экспериментальной оценки распределения микроискажений (микродеформаций) по сечению пресованных заготовок использовали сравнительный анализ карт рекристаллизации, полученных методом дифракции отраженных электронов с помощью программного комплекса к приставке Oxford HKL Nordlys F+ на сканирующем электронном микроскопе Tescan.

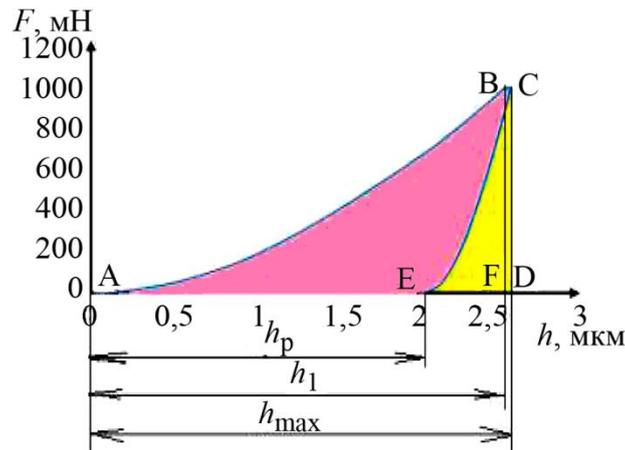


Рис. 2. Общий вид диаграммы нагружения и измеряемые параметры

Инструментальное индентирование с записью диаграмм нагружения проводили на измерительной системе Fischerscope НМ 2000 XYm с использованием индентора Виккерса и программного обеспечения WIN-HCU при максимальной нагрузке 0,980 Н, времени нагружения 20 с, выдержке при нагрузке 15 с и времени разгрузки 20 с по стандарту ISO 14577-1:2002 [18]. Погрешность характеристик микротвердости и микроиндентирования по 10 измерениям рассчитывали с доверительной вероятностью $p = 0,95$ в соответствии с требованиями ISO 14577-2:2015 [34] и ГОСТ Р 8.748-2011 [35]. По результатам индентирования определяли следующие показатели микромеханических свойств: микротвердость по Виккерсу (HV), контактный модуль упругости (E^*), составляющую работы пластической деформации при индентировании (φ), ползучесть при индентировании (C_{IT}), показатель упругого восстановления (R_e). Расчеты показателей φ , C_{IT} и R_e проводили по следующим формулам:

$$\varphi = (1 - W_e/W_t) \cdot 100 \%, \quad (1)$$

$$C_{IT} = \frac{h_{max} - h_1}{h_1} \cdot 100\%, \quad (2)$$

$$R_e = \frac{h_{max} - h_p}{h_{max}} \cdot 100\%, \quad (3)$$

где W_e – работа упругой деформации при индентировании (площадь под кривой EBCD на рис. 2); W_t – полная механическая работа при индентировании, определяемая площадью под кривой нагружения ABCD на рис. 2; h_1 – глубина внедрения индентора, соответствующая

щая начальной точке горизонтального участка на кривой нагружения, h_p – глубина отпечатка после снятия нагрузки, h_{max} – максимальная глубина внедрения индентора (рис. 2).

3. Результаты исследования и обсуждение

3.1. Микроструктура и фазовые составы алюминиевых сплавов АД33 и Д16 в литом состоянии и после прессования

Согласно литературным данным [1, 7, 36], основными фазами в структуре сплава АД33 являются твердый раствор на основе алюминия и силицид магния Mg_2Si . На дифрактограмме, приведенной на рисунке 3 а, присутствуют только рентгеновские рефлексы, соответствующие твердому раствору с гранцентрированной кубической кристаллической решеткой. Отсутствие рентгеновских рефлексов других фаз связано со сравнительно небольшим содержанием легирующих элементов, которые легируют твердый раствор, не образуя самостоятельных фаз. Возможно, частицы Mg_2Si все-таки образуются в сплаве АД33, но в малом количестве, и имеют малые размеры, что не позволяет зафиксировать их наличие с помощью рентгенофазового анализа. Параметр кристаллической решетки образца, вырезанного из центральной части литой заготовки, равен $4,052 \text{ \AA}$, что несколько больше параметра решетки чистого алюминия, который равен $4,0494 \text{ \AA}$ [36]. Это обстоятельство может быть обусловлено тем, что магний, основной легирующий элемент сплава АД33, имеет атомный радиус $1,60 \text{ \AA}$, то есть заметно больший, чем у алюминия ($1,43 \text{ \AA}$) [37], поэтому при легировании твердого раствора параметр решетки увеличивается. В литом сплаве АД33 наблюдали усадочную пористость (рис. 4 а). Средний размер зерна составил 99 мкм на периферии, 127 мкм на $1/2$ радиуса и 133 мкм в центре.

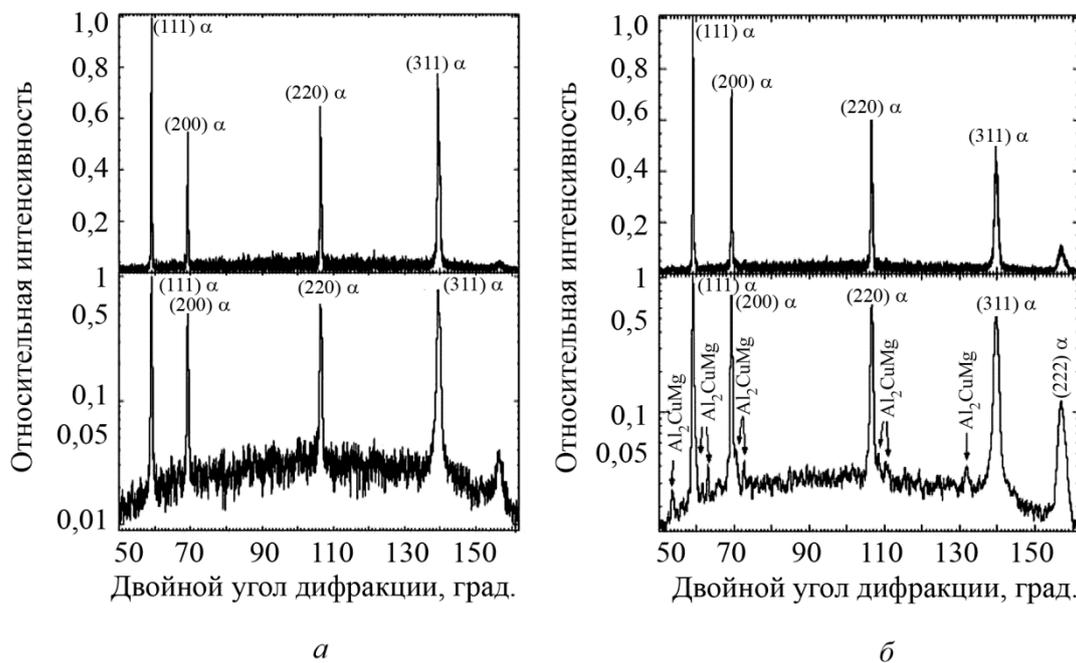


Рис. 3. Фрагменты дифрактограмм литых сплавов АД33 (а) и Д16 (б) в линейном и логарифмическом масштабах

Основными фазами в структуре сплава Д16, помимо твердого раствора на основе алюминия, являются интерметаллиды $CuAl_2$ (θ -фаза) и Al_2CuMg (S -фаза) [1, 36]. На дифрактограмме, приведенной на рисунке 3 б в логарифмическом масштабе, заметны очень слабые рентгеновские

рефлексы, которые соответствуют S-фазе. Рефлексы, соответствующие фазе CuAl_2 , на дифрактограмме отсутствуют. Параметр кристаллической решетки образца, вырезанного из центральной части слитка, равен $4,049 \text{ \AA}$, что практически совпадает с параметром решетки чистого алюминия, который равен $4,0494 \text{ \AA}$ [37]. Это обстоятельство может быть обусловлено тем, что медь и магний образуют интерметаллид Al_2CuMg (S-фазу) и не легируют твердый раствор.

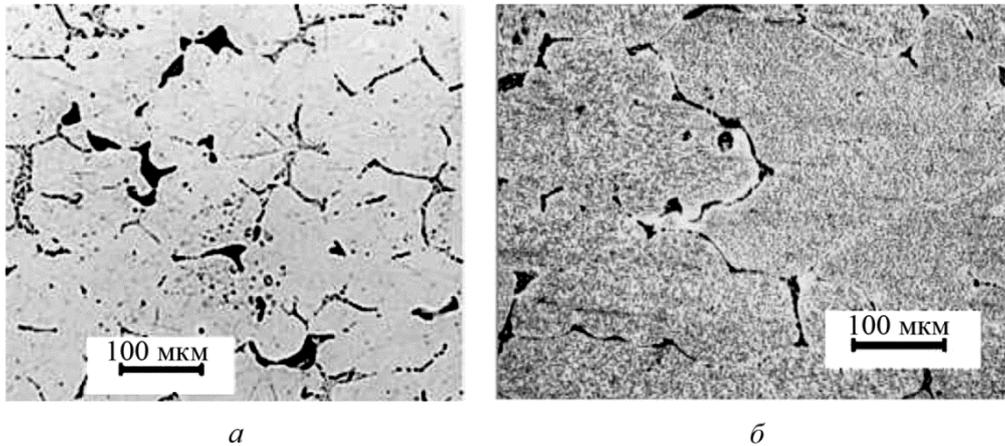


Рис. 4. Микроструктура литых сплавов АД33 (а) и Д16 (б) в центре отливки

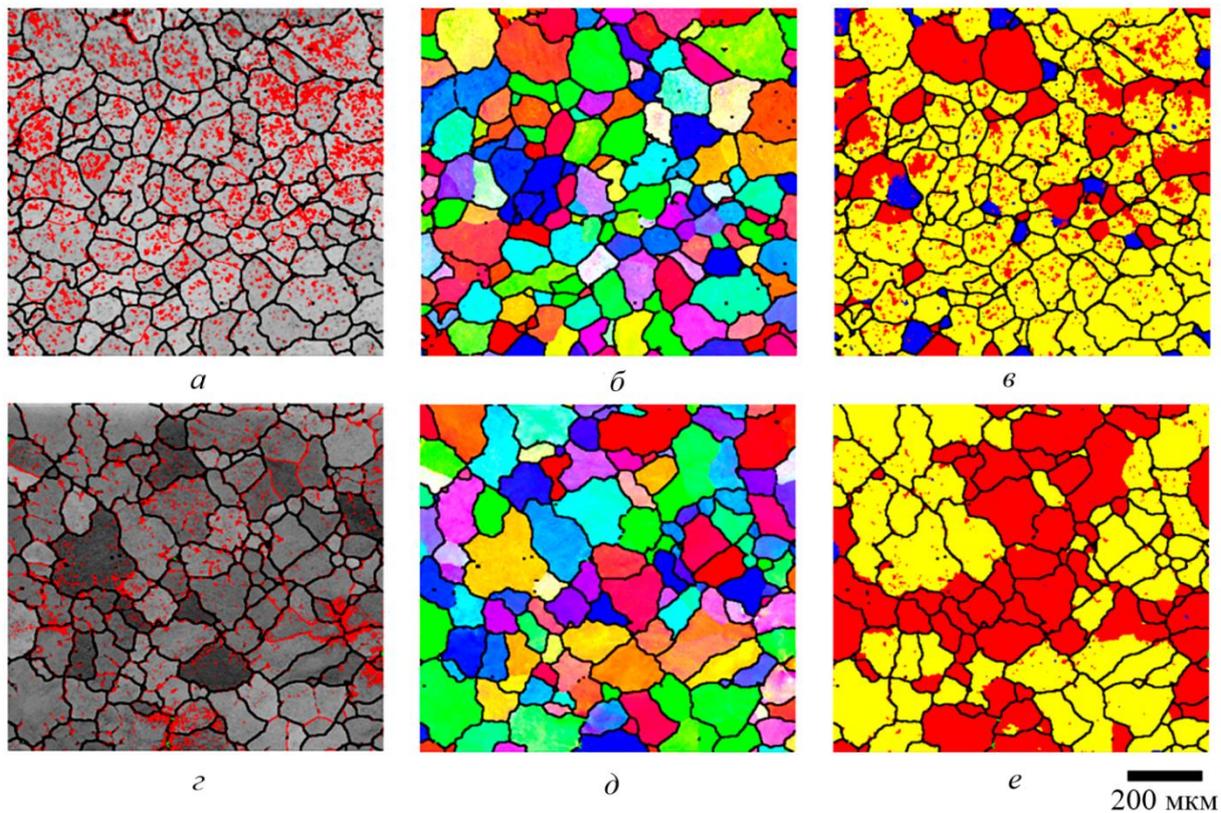


Рис. 5. EBSD-анализ сплавов АД33 (а–в) и Д16 (г–е) в литом состоянии (центр слитка, поперечные сечения): а, г – карты контуров; б, д – карты разориентировок; в, е – карты рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субзерна, синий – рекристаллизованные зерна)

Результаты EBSD-анализа показали, что в литом состоянии сплав Д16 более деформирован: содержание деформированных зерен в нем примерно в 2 раза выше (табл. 2), чем в сплаве АД33, а рекристаллизованные зерна практически отсутствуют, хотя в обоих сплавах преобладает субструктура, образовавшаяся при динамической полигонизации [38]. На рисунке 5 синим цветом обозначены зерна, внутри которых кристаллическая решетка имеет углы разориентировки менее 2° . Такие зерна считаются рекристаллизованными, т. е. практически свободными от дислокаций и характеризующимися минимальным уровнем микронапряжений. Желтым цветом выделены зерна с субструктурой, внутри субзерен углы разориентировок кристаллической решетки не превышают 2° , а между субзернами они более 2° , но менее 15° . Красным цветом выделены зерна, имеющие угол разориентировки атомных плоскостей более 15° , их принято считать деформированными, плотность дислокаций в них максимальна.

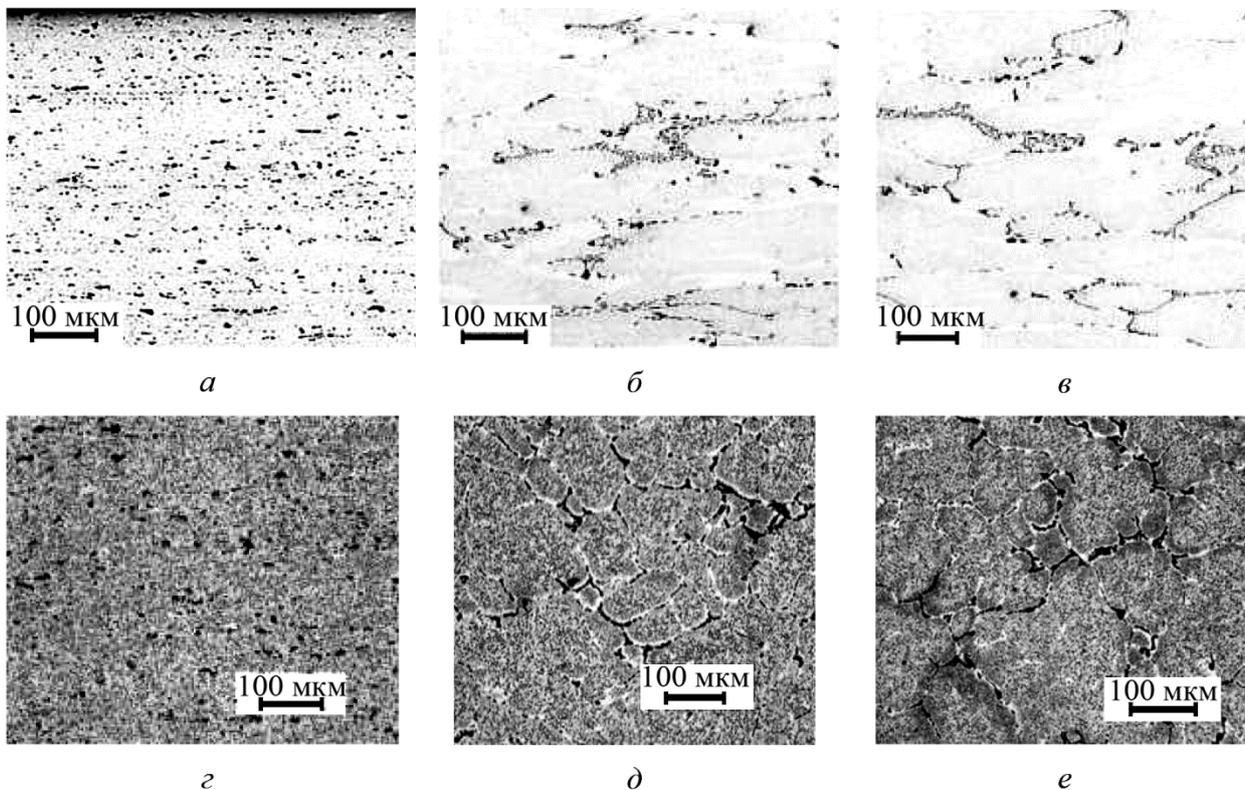


Рис. 6. Микроструктура выходного конца (темплет 1) пресс-изделия из сплава АД33 (а–в) и Д16 (z–e): а, z – периферия; б, д – 1/2 радиуса; в, е – центр

Размеры литых прутков значительны, поэтому охлаждение центральных зон происходит достаточно медленно, при этом успевают произойти полигонизация и рекристаллизация. Поэтому в центральной части прутков из обоих сплавов преобладает субкристаллическая структура (рис. 5 в, е). Тем не менее доля деформированных зерен в центральной части литых прутков весьма существенна, что очевидно обусловлено различиями скоростей охлаждения поверхностных слоев и центральной части. Закристаллизовавшиеся поверхностные слои оказывают давление на остающиеся еще в расплавленном состоянии центральные части, поэтому при кристаллизации центральной части вполне возможны микроискажения кристаллической решетки твердого раствора на основе алюминия и вызванные этим остаточные напряжения.

После прессования фазовый состав исследованных сплавов не изменился. По сечению темплетов, вырезанных из выходной части прутков из обоих сплавов, наблюдается структурная неоднородность (рис. 6): на периферии структурные составляющие имеют измельченный вид и равномерное распределение (рис. 6 *a, z*), на 1/2 радиуса и в центре структура имеет вид малодеформированного состояния, сохраняя в некоторых участках литое строение (рис. 6 *б, в, д, е*).

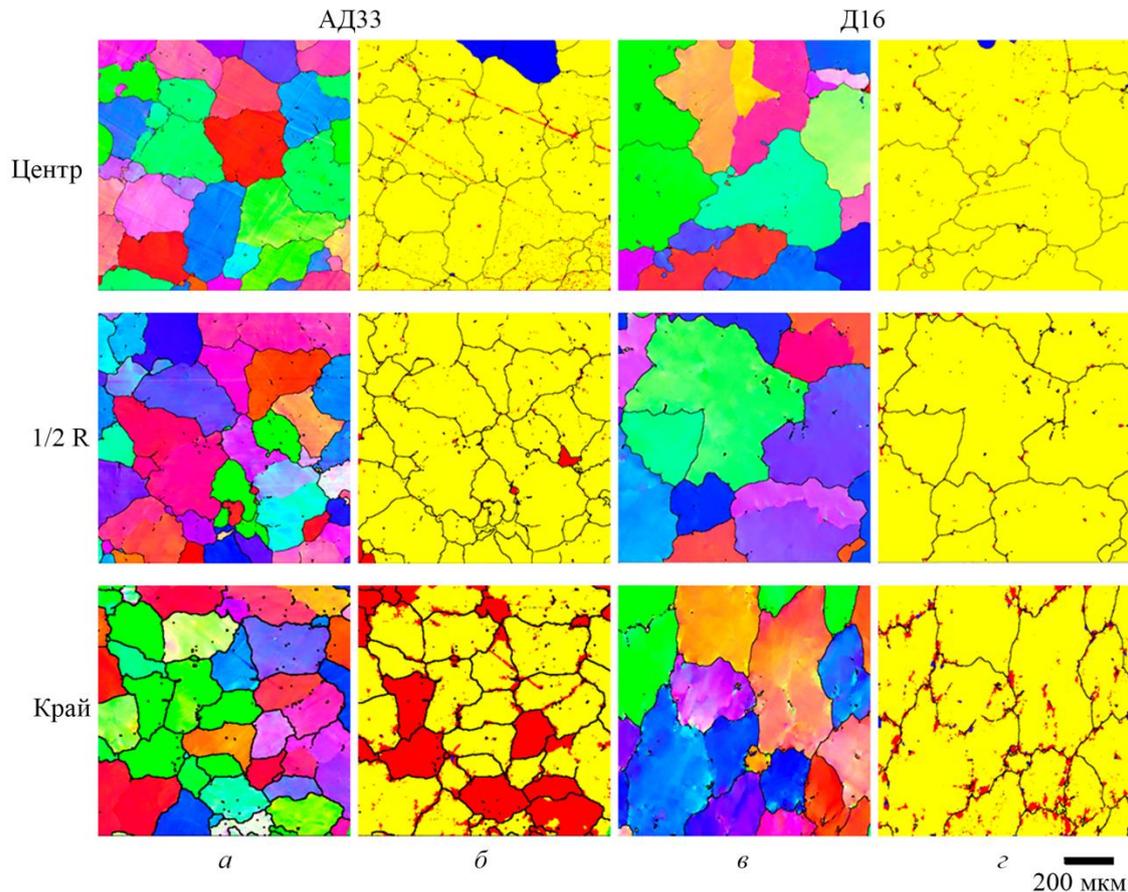


Рис. 7. EBSD-анализ выходной части (темплет 1) прутков из сплавов АД33 и Д16: *a, в* – карты разориентировок; *б, г* – карты рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субзерна, синий – рекристаллизованные зерна)

В процессе прессования с предварительным нагревом заготовок, наряду с деформацией, происходят процессы динамической полигонизации и рекристаллизации. EBSD-анализ показал (рис. 7), что в выходной части прутка после прессования (темплет 1 на рис. 1) по всему сечению заготовки преобладает субструктура при минимальном количестве деформированных зерен даже вблизи поверхности поковок (табл. 3), что свидетельствует о преобладающей доле динамической полигонизации в алюминиевых сплавах. Это соответствует данным работы [10] по распределению степени деформации, полученным в результате численного моделирования процесса прессования пресс-изделий из алюминиевых сплавов. Приповерхностные слои заготовки из сплава АД33 содержат большее количество деформированных зерен по сравнению с этой же областью заготовки из сплава Д16 (см. табл. 3).

Таблица 2

Параметры кристаллической решетки твердого раствора на основе алюминия образцов сплавов АД33 и Д16 в разных сечениях пресс-заготовки

Место вырезки образцов	Сплав	Литой	Темплет 1 (выходной конец)			Темплет 2 (центральная часть)		
			Центр	1/2 R	Край	Центр	1/2 R	К
Параметр решетки, Å	АД33	4,052	4,052	4,051	4,052	4,052	4,052	4,052
	Д16	4,049	4,049	4,049	4,050	4,049	4,050	4,051

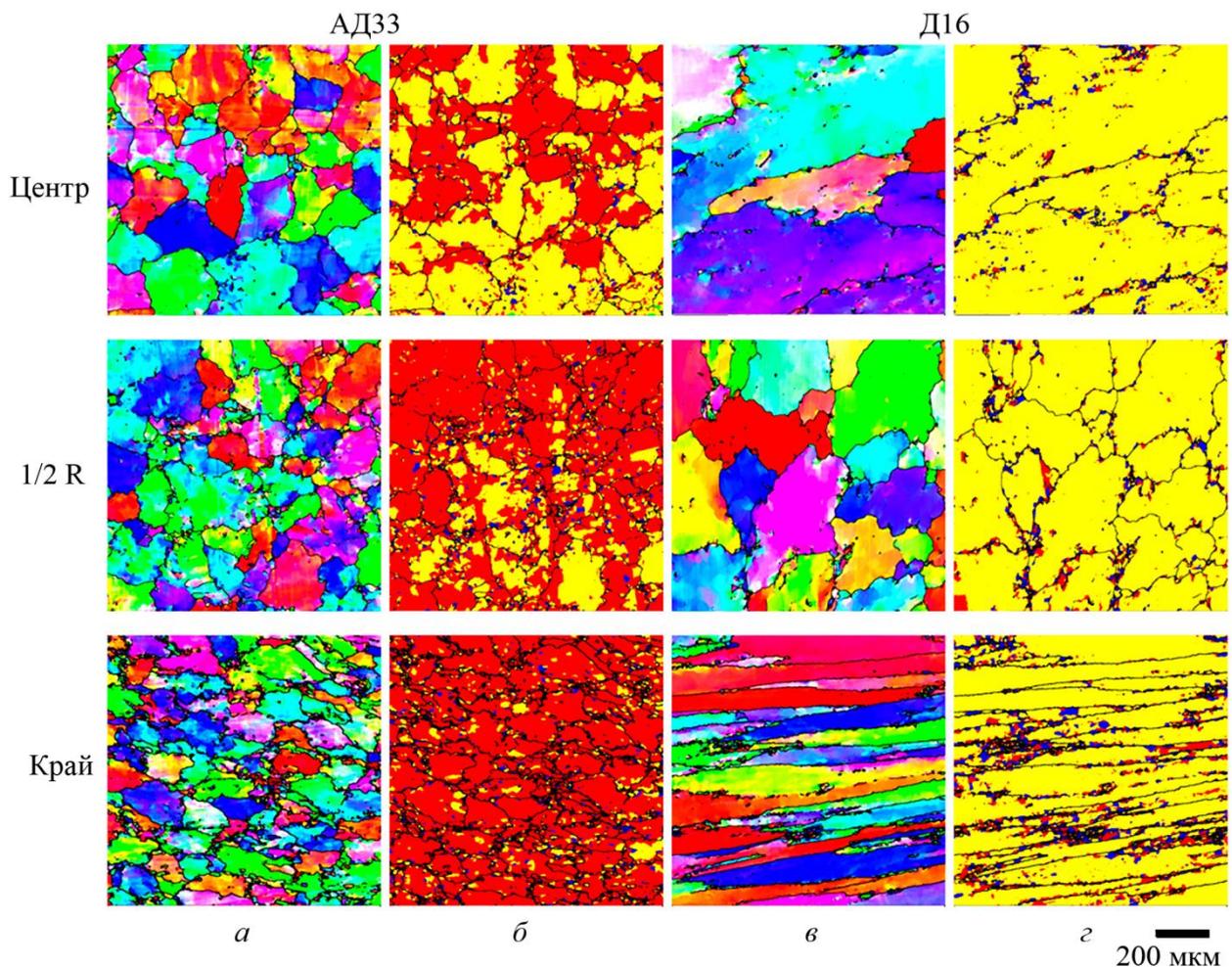


Рис. 8. EBSD-анализ темплета 2 прутков из сплавов АД33 и Д16:
а, в – карты разориентировок; б, г – карты рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субзерна, синий – рекристаллизованные зерна)

В средней части пресс-изделий (темплет 2), сформировавшихся на установившейся стадии прессования, структура сплавов более однородна по сечению заготовки. При этом существенно увеличивается количество деформированных зерен, особенно в случае сплава АД33 (табл. 3): даже в центральной части пресс-изделия доля деформированных зерен составила 45 %. На 1/2 радиуса прутка и вблизи поверхности преобладают деформированные зер-

на – 72 и 84 % соответственно. В прутке из сплава Д16 количество деформированных зерен значительно меньше, основу составляет субкристаллическая структура, появившаяся в результате динамической полигонизации (табл. 3, рис. 8).

Таблица 3

Объемные доли деформированных (ДЗ), полигонизованных (С) и рекристаллизованных зерен (РЗ) в литом состоянии и после прессования заготовок из сплавов АД33 и Д16, %

№ темплета (рис. 1)	Место вырезки образцов	АД33			Д16		
		ДЗ	С	РЗ	ДЗ	С	РЗ
Литой	центр	27	69	4	47,5	52	0,5
1	центр	1,5	94	4,5	0,7	99	0,3
	1/2 радиуса	2	97,5	0,5	1	99	0
	край	31	68	1	7	92	1
2	центр	45	53	2	4	92	4
	1/2 радиуса	72	24	4	6	91	3
	край	84	10	6	13	79	8

3.2. Результаты микроиндентирования

Условия деформации анализируемых темплетов оказывают существенное влияние на распределение микромеханических свойств по их поперечному сечению. Характер распределения кривых нагружения различен, он зависит от места вырезки образцов (рис. 9): либо они расположены компактно, как на рис. 9 б, либо они рассредоточены на довольно большой ширине диаграммы, что соответствует существенным различиям глубины внедрения индентора, а значит и различиям состояния сплавов перед индентированием (рис. 9 а). Сплав АД33 менее твердый – около 55 НВ 0,1, не упрочняется при деформации и характеризуется максимальными показателями пластичности на микроуровне (значения ϕ и S_{IT} в табл. 4). Твердость сплава Д16 в среднем составила 120 НВ 0,1, после прессования показатели ϕ и S_{IT} немного повышаются (табл. 4). Выходная часть прутков из обоих сплавов (темплет 1), которая формируется в условиях нестационарного состояния, весьма неоднородна по микромеханическим свойствам, что соответствует полученным ранее результатам численного моделирования по распределению степени деформации по мере выдавливания переднего конца прутка [10]. Для сплава АД33 максимальным разбросом микромеханических свойств после прессования характеризуется центр прутка (рис. 10 а), а для сплава Д16 – 1/2 радиуса и периферия (рис. 10 д, е). Распределение микромеханических свойств сплава Д16 в темплете 1 более неоднородно по сравнению со сплавом АД33, что, скорее всего, определяется неравномерным распределением частиц интерметаллида Al_2CuMg по объему сплава. В центральной части прутка сплава Д16 явно выделяются 2 группы кривых нагружения (рис. 10 в). На 1/2 радиуса разброс кривых нагружения по глубине вдавливания индентора составил 1,3 мкм (рис. 10 з). На периферии выходной части прутка из сплава Д16 выделяются 3 группы кривых нагружения (рис. 10 е): группу 1, скорее всего, следует отнести к участкам с интерметаллидами, а группы 2 и 3 вполне могут отличаться степенью деформации зерен.

В центральной части прутков (темплет 2) распределение микромеханических свойств однородно (рис. 11), причем максимально однородны образцы из сплава Д16 (рис. 11 з–е). Модуль упругости при данных температуре и давлении является только функцией природы атомов и их расположения относительно друг друга [21], т. е. он может измениться по величине только в результате изменения состава материала или его кристаллической структуры, а

также одновременно того и другого. Поскольку параметр решетки твердого раствора на основе алюминия в сплавах АД33 и Д16 не меняется, изменения значений модуля E^* вызваны деформационными процессами. Более высокие значения E^* в сплаве Д16 могут быть обусловлены вкладом частиц интерметаллида Al_2CuMg , характеризующихся наличием ковалентной составляющей связи между атомами в кристаллической решетке.

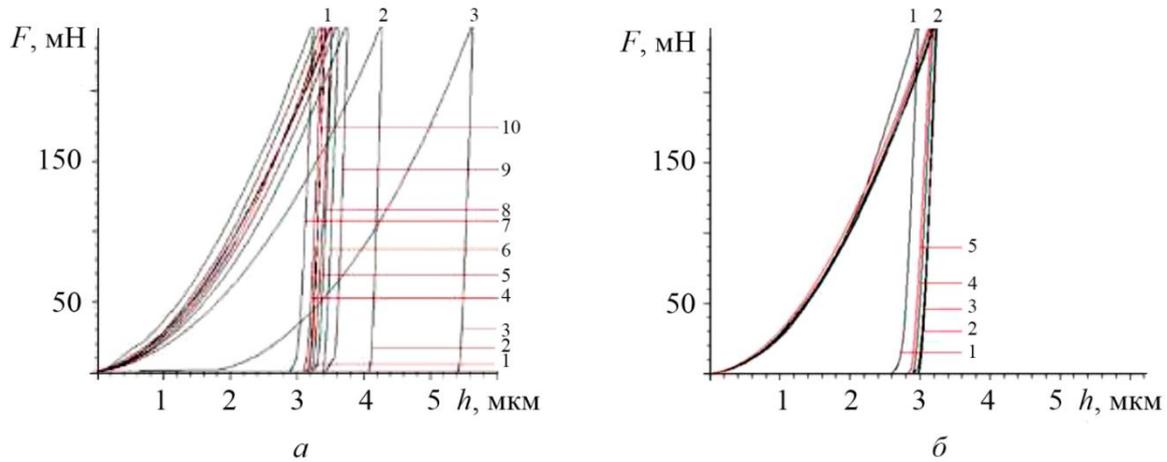


Рис. 9. Диаграммы нагружения литых сплавов АД33 (а) и Д16 (б)

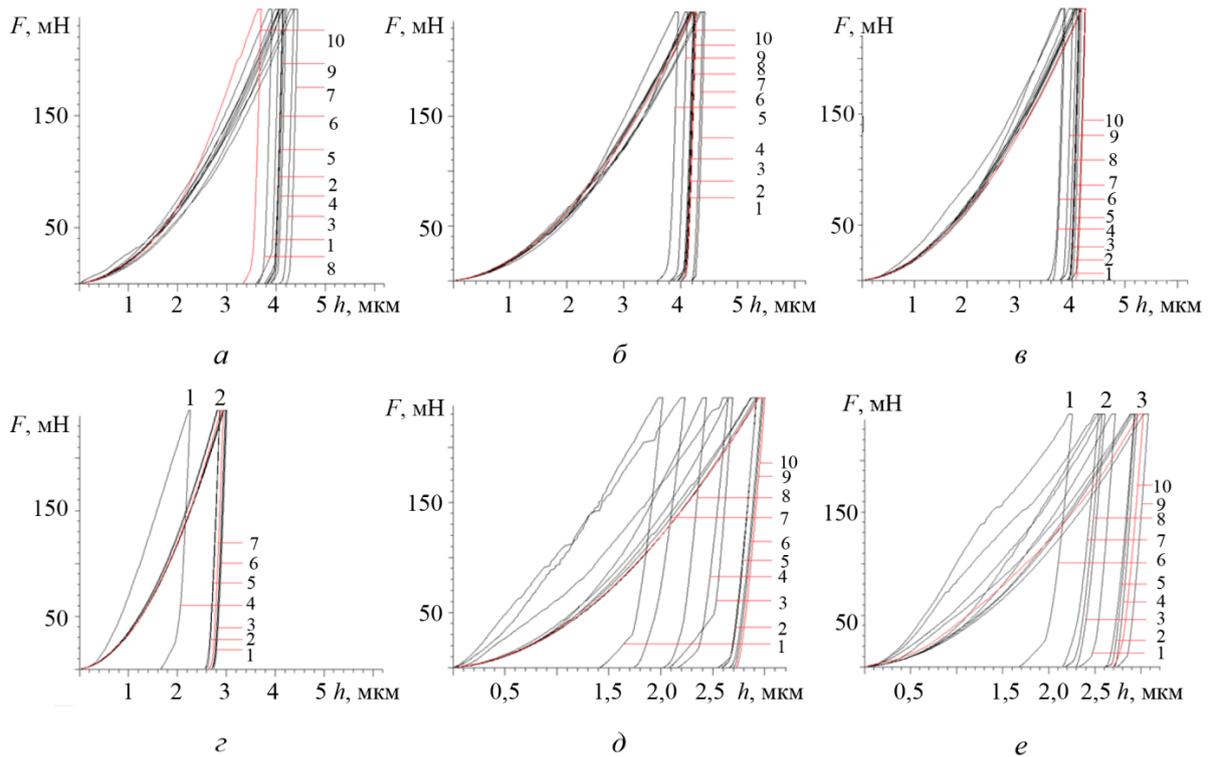


Рис. 10. Диаграммы нагружения выходного конца прессовок: сплав АД33 (а–в), сплав Д16 (г–е); центр (а, г), 1/2 радиуса (б, д), край (в, е)

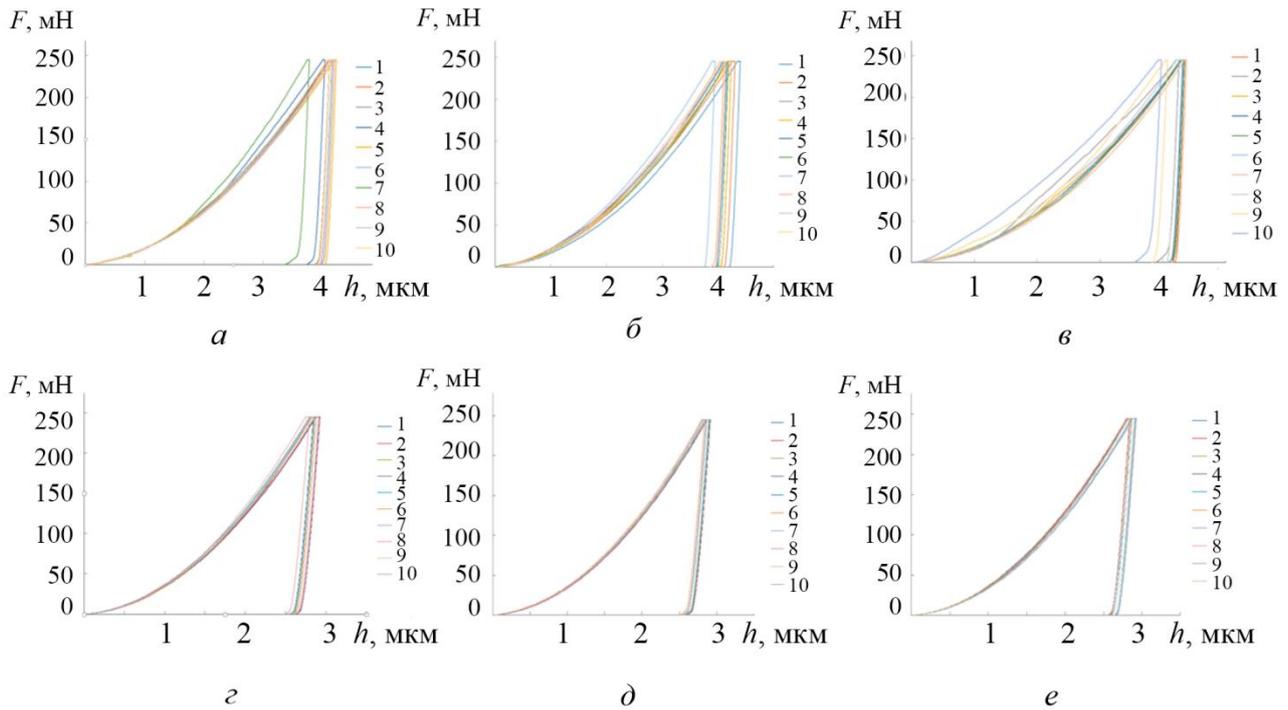


Рис. 11. Диаграммы нагружения средней части прессовок: сплав АД33 (а–в), сплав Д16 (г–е); центр (а, г), 1/2 радиуса (б, д), край (в, е)

Таблица 4

Микромеханические свойства алюминиевых сплавов АД33 и Д16 в литом состоянии и после прессования

Вид обработки	Место вырезки образца	Сплав	HV 0,025	H_{IT} , МПа	E^* , ГПа	R_e , %	ϕ , %	C_{IT} , %
Литой	центр	АД33	56	592	69	11	93	0,3
		Д16	99	1046	74	14	90	0,3
Прессование темплет 1	центр	АД33	56	592	80	7	94	0,5
		Д16	125	1193	85	15	88	1,0
	1/2 R	АД33	53	558	80	7	94	0,5
		Д16	150	1576	79	20	86	0,9
	край	АД33	57	600	84	7	94	0,4
		Д16	134	1420	82	17	88	0,5
Прессование темплет 2	центр	АД33	57	600	80	7	95	0,5
		Д16	119	1267	86	15	88	1,0
	1/2 R	АД33	54	570	83	7	94	1,5
		Д16	117	1240	83	15	89	2,0
	край	АД33	52	552	83	7	95	1,0
		Д16	119	1258	86	15	88	1,1

4. Заключение

Сравнительный анализ изменения микроструктуры, диаграмм нагружения, распределения показателей микромеханических свойств по сечению пресс-изделий из алюминиевых сплавов АД33 и Д16 и результатов EBSD-анализа показал, что метод микроиндентирования позволяет достоверно оценивать характер распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов.

Исследованные сплавы отличаются по структуре и фазовому составу: сплав АД33 состоит из α -твердого раствора на основе алюминия, в котором растворены легирующие элементы, за счет чего произошло увеличение параметра его кристаллической решетки, а сплав Д16, кроме α -твердого раствора, параметр решетки которого близок чистому алюминию, содержит частицы S-фазы Al_2CuMg . В соответствии с этим микротвердость сплава АД33 составила в среднем 55 HV 0,1, а сплава Д16 – 120 HV 0,1.

Установлено, что в литом состоянии в сплавах АД33 и Д16 присутствуют как рекристаллизованные зерна, так и субструктура и деформированные зерна. Это обусловлено внутренними напряжениями, возникающими в слитках при неравномерном охлаждении сплавов по сечению после кристаллизации. Более деформирован в центральной части слитка сплав Д16: содержание деформированных зерен в нем примерно в 2 раза выше, чем в литом сплаве АД33, а рекристаллизованные зерна практически отсутствуют, хотя в обоих сплавах преобладает субструктура, образовавшаяся в результате полигонизации.

Выходные концы прутков, сформировавшиеся на нестационарной стадии прессования, характеризуются преобладанием субструктуры по всему поперечному сечению заготовок, что свидетельствует о преобладании процесса динамической полигонизации в алюминиевых сплавах на данном этапе прессования. Диаграммы нагружения и показатели микромеханических свойств распределены неравномерно по сечению прутка.

Середина пресс-изделий, сформировавшаяся на установившейся стадии прессования, характеризуется большим количеством деформированных зерен по всему поперечному сечению, особенно в случае сплава АД33. Диаграммы нагружения и показатели микромеханических свойств равномерно распределены по сечению прутка.

Таким образом, метод инструментального микроиндентирования может быть рекомендован к применению в производственных условиях наряду с уже используемыми методами контроля однородности прессования по макро- и микроструктуре.

Благодарность

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН в соответствии с государственным заданием ИМАШ УрО РАН.

Литература

1. Елагин В. И., Ливанов В. А. Алюминиевые сплавы. Структура и свойства полуфабрикатов из алюминиевых сплавов : справочник. – М. : Metallurgy, 1974. – 432 с.
2. Гун Г. Я., Яковлев В. И., Прудковский Б. А. Прессование алюминиевых сплавов. – М. : Metallurgy, 1974. – 362 с.
3. Ерманок М. З., Фейгин В. И., Сухоруков Н. А. Прессование профилей из алюминиевых сплавов. – М. : Metallurgy, 1977. – 263 с.
4. Кузьменко В. А. Прессование алюминиевых сплавов. – М. : Metallurgy, 1986. – 108 с.
5. Райтбарг Л. Х. Производство прессованных профилей. – М. : Metallurgy, 1984. – 264 с.

6. Перлин И. Л., Райтбарг Л. Х. Теория прессования металлов. – М. : Металлургия, 1975. – 448 с.
7. Колачев Б. А., Елагин В. И., Ливанов В. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. – М. : МИСИС, 2005. – 427 с.
8. Телешов В. В., Снегирева Л. А., Захаров В. В. О влиянии некоторых технологических факторов на структуру и свойства крупногабаритных прессованных полуфабрикатов // Технология легких сплавов. – 2022. – № 1. – С. 10–21. – DOI: 10.24412/0321-4664-2022-1-10-21.
9. Логинов Ю. Н., Дегтярева О. Ф. Влияние стадии распрессовки полого слитка из алюминиевого сплава на процесс последующего прессования // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. – 2007. – № 7. – С. 37–42.
10. Структурное состояние и деформации заготовки из алюминиевого сплава в начальной стадии прессования / Ю. Н. Логинов, А. В. Разинкин, Г. В. Шимов, Т. В. Мальцева, Н. И. Бушуева, Е. Г. Дымшакова, Н. А. Калинина // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2023. – Т. 29, № 2. – С. 29–37. – DOI: 10.17073/0021-3438-2023-2-29-37.
11. Логинов Ю. Н., Антоненко Л. В. Изучение напряженно-деформированного состояния для предупреждения образования продольных трещин в прессованных трубах // Цветные металлы. – 2010. – № 5. – С. 119–122.
12. Данилин А. В., Данилин В. Н., Романцев Б. А. Прогнозирование вида структуры после прессования в изделиях из труднодеформируемых алюминиевых сплавов на основании результатов математического моделирования // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. – 2019. – № 1. – С. 26–38.
13. On radial microstructural variations, local texture and mechanical gradients after cold extrusion of commercially pure aluminum / N. Berndt, P. Frint, M. Bohme, S. Muller, M. F.-X. Wagner // Materials Science and Engineering: A. – 2022. – Vol. 850. – Art. 143496. – DOI: 10.1016/j.msea.2022.143496.
14. Hambli R., Badie-Levet D. Damage and fracture simulation during the extrusion processes // Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering. – 2000. – Vol. 186, iss. 1. – P. 109–120. – DOI: 10.1016/S0045-7825(99)00109-7.
15. Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. – М. : Машиностроение, 2009. – 312 с.
16. Petrzhik M. I., Levashov E. A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing // Crystallography Reports. – 2007. – Vol. 52. – P. 966–974. – DOI: 10.1134/S1063774507060065.
17. Сопrotивление пластической деформации структурных составляющих сложнолегированной латуни / С. В. Смирнов, Н. Б. Пугачева, А. В. Тропотов, А. Н. Солошенко // Физика металлов и металловедение. – 2001. – Т. 91, № 2. – С. 106–111.
18. ISO 14577–1:2002. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Test method. – Part 1. – 2002.
19. Oliver W. C., Pharr J. M. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal of Materials Research. – 1992. – Vol. 7, iss. 6. – P. 1564–1583. – DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
20. Smirnov S. V., Smirnova E. O. A technique for determining coefficients of the “stress-strain” diagram by nanoscratch test results // Journal of Materials Research. – 2014. – Vol. 29. – P. 1730–1736. – DOI: 10.1557/jmr.2014.188.
21. Головин Ю. И. Зондовые нанотехнологии // Перспективные материалы. Структуры и методы исследования : учеб. пособие / под ред. Д. Л. Мерсона. – ТГУ, МИСиС, 2006. – С. 149–246 с. – Гл. 5.

22. Leyland A., Matthews A. On the significance of the H/E Ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimized tribological behavior // *Wear*. – 2000. – Vol. 246. – P. 1–11. – DOI: 10.1016/S0043-1648(00)00488-9.
23. Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A / A. V. Makarov, L. G. Korshunov, I. Yu. Malygina, A. L. Osintseva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2007. – Vol. 103 (5). – P. 507–518. – DOI: 10.1134/S0031918X07050110.
24. Effect of liquid carburizing at lowered temperature on the micromechanical characteristics of metastable austenitic steel / R. A. Savrai, P. A. Skorynina, A. V. Makarov, A. L. Osintseva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2020. – Vol. 121 (10). – P. 1015–1020. – DOI: 10.1134/S0031918X20100105.
25. Structure and properties of a SHS Cu–Ti–C–B composite / N. B. Pugacheva, Y. V. Nikolin, T. M. Bykova, E. I. Senaeva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2022. – Vol. 123. – P. 43–49. – DOI: 10.1134/S0031918X22010100.
26. Wilkinson A. J., Meaden G., Dingley D. J. High resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity // *Ultramicroscopy*. – 2006. – Vol. 106. – P. 303–313. – DOI: 10.1016/j.ultramicro.2005.10.001.
27. Quantification of strain fields and grain refinement in Ti-6Al-4V inter-pass rolled wire-arc AM by EBSD misorientation analysis / A. E. Davis, J. R. Hönnige, F. Martina, P. B. Prangnell // *Materials Characterization*. – 2020. – Vol. 170. – Art. 110673. – DOI: 10.1016/j.matchar.2020.110673.
28. Present state of electron backscatter diffraction and prospective developments / R. A. Schwarzer, D. P. Field, B. L. Adams, M. Kumar, A. J. Schwartz // *Electron Backscatter Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. – Berlin : Springer, 2009. – P. 1–20.
29. Arsenlis A., Parks D. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density // *Acta Materialia*. – 1999. – Vol. 47. – P. 1597–1611. – DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00020-8.
30. Kamaya M., Wilkinson A. J., Titchmarsh J. M. Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction // *Acta Materialia*. – 2006. – Vol. 54. – P. 539–548. – DOI: 10.1016/j.actamat.2005.08.046.
31. Maurice C., Fortunier R. A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns // *Journal of Microscopy*. – 2008. – Vol. 230. – P. 520–529. – DOI: 10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x.
32. Русаков А. А. Рентгенография металлов. – М. : Атомиздат, 1977. – 480 с.
33. Миркин Л. И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов. – М. : Машиностроение, 1979. – 134 с.
34. ISO 14577-2:2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Verification and calibration of testing machines. – Part 2. – 2015.
35. Мальцев В. М. Металлография промышленных цветных металлов и сплавов. – М. : Металлургия, 1970. – 364 с.
36. Самсонов Г. В. Свойства элементов : справочник. Ч. 1 : Физические свойства. – М. : Металлургия, 1976. – 600 с.
37. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М. : МИСИС, 2005. – 432 с.