

Глава 12. ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

¹Хаймович П.А., ²Черняева Е.В.

¹ННЦ «Харьковский физико-технический институт», г. Харьков, Украина

²Санкт-Петербургский государственный университет,
г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: pavel.41@bk.ru

Введение

В настоящее время не ослабевает интерес к поиску новых методов пластического деформирования монолитного металла с целью повышения дисперсности его структуры (наноструктурирования) для получения тех или иных физико-механических свойств. В приведенном ниже материале описывается особый подход. В качестве основополагающих рассматриваются не технологические приемы или новшества в геометрии приложения деформирующих напряжений, а те условия, в которых усилия прикладываются к деформируемому объекту. На ряде металлов и сплавов показана важнейшая роль наличия одновременно сил всестороннего сжатия и глубокого охлаждения деформируемого объекта, что позволяет достичь такого уровня диспергирования структуры, которого, как правило, не удастся достичь в других условиях. Описаны некоторые устройства и приемы, позволяющие реализовать поставленные цели.

Четыре континента «Мира деформации»

Стремление добиться наноструктурирования металла для улучшения его физико-механических характеристик вызвало к жизни целый ряд способов деформационного воздействия на металлы и сплавы. Наиболее известен разработанный В.М. Сегалом в 70-х годах метод равноканально-углового прессования (РКУП), в первоначальном виде представлявший собой технологический процесс пластического деформирования металлов при высоких температурах [1]. Его применение при комнатной или относительно невысоких температурах позволило получить существенное диспергирование структуры, благодаря возможности реализовать большие степени деформации. Однако при этом использовались достаточно пластичные металлы, и, кроме того, отмечалась существенная неоднородность свойств по сечению получаемого продукта [2]. Среди других, менее известных, но также значительно улучшающих свойства металла методов, следует назвать осадку-выдавливанию (разнонаправленная деформация) [3] и всестороннюю изотермическую ковку (ВИК) [4]. Первый, как один из этапов процесса изготовления сверхпроводящего ниобий-титанового провода, определил достижение рекордных значений предельного тока в техническом сверхпроводнике. Второй позволил получать объемные наноструктурные полуфабрикаты из различных конструкционных сплавов.

Можно приводить и другие примеры разработок, позволяющих добиваться существенного измельчения структуры металла. Но все они предполагают деформирование, либо при комнатной, либо при повышенных температурах. Как будет показано ниже, это накладывает ограничение на уровень достигаемого диспергирования структуры.

В середине прошлого века начали интенсивно развиваться исследования свойств металлов, испытывавших деформирование при температурах, существенно ниже комнатной, вплоть до 4,2 К (температура жидкого гелия). Причина такого интереса хорошо объясняется результатами ряда работ, одну из которых с полным основанием можно назвать классической [5]. Авторы осуществляли прокатку поликристаллической меди при четырех температурах: 300; 77; 20,4 и 4,2 К – и получили «вее» зависимостей прочности (при испытаниях на растяжение при комнатной температуре) от степени деформации прокаткой (рис. 1, а). Чем ниже была температура прокатки, тем большего упрочнения удавалось достичь. Объясняется это подавлением процессов динамического возврата, которые имеют место при пластической деформации, и которые менее активны при пониженных температурах. Эти авторы отметили также рост степени фрагментации структуры с понижением температуры деформирования (рис. 1,б).

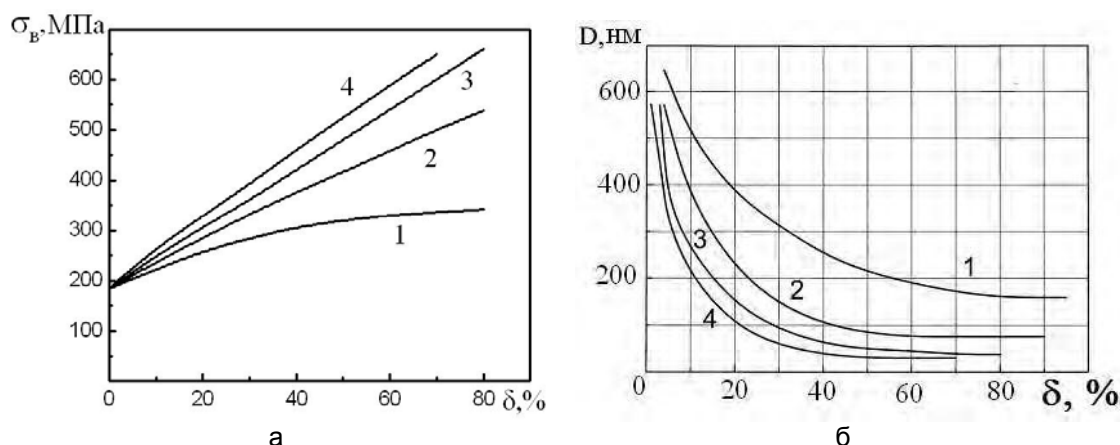


Рисунок 1 – Зависимость прочности меди при растяжении (а) и среднего размера ячейки D (б) от степени ее деформации прокаткой при температурах: 1 – 300 К, 2 – 77 К, 3 – 20,4 К, 4 – 4,2 К [2]. Измерения проводились при комнатной температуре

С течением времени ряд авторов пластическое деформирование металлов при криогенных температурах¹ (вне зависимости от вида деформации) стали называть криодеформированием. Однако работы в этом направлении постепенно были свернуты, несмотря на заслуживающие внимания положительные результаты, полученные на достаточно пластичных конструкционных материалах, например, на нержавеющей стали [6]. Это было связано с тем, что с понижением температуры пластичность деформируемого металла, как правило, падает, что затрудняет проведение деформирования и снижает потребительские качества получаемого продукта. Кроме того, чем ниже температура упрочняющего деформирования, тем ниже оказывалась термоустойчивость полученного упрочнения.

Проблемы пластического деформирования низкопластичных, прочных металлов и сплавов в большой мере были решены развитием гидроэкструзии (выдавливанием металла жидкостью) [7]. Этот вид обработки металлов сейчас широко применяется в промышленности, многие исследователи работают с ним как в его классической форме, так и в различных видоизменениях, таких, как винтовая гидроэкструзия [8], многоугольная равноканальная гидроэкструзия [9]. При этом отмечают, как положительные результаты, так и недостатки, но общее у всех этих видов воздействия одно – они осуществляются либо при комнатной, либо при повышенных температурах. То есть процессы динамического возврата, определяемые именно температурой деформирования, ограничивают уровень возможного диспергирования формирующейся в процессе деформирования структуры. Причина такого ограничения температуры, при которой возможно проведение гидроэкструдирования, проста: не существует гидростатических сред для температур, существенно ниже комнатной, а тем более, для криогенных температур. Кроме того, сжиженные газы под давлением твердеют, и использовать их в качестве передающей давление среды очень неудобно.

Пластическое деформирование материалов в условиях действия сил всестороннего сжатия именуют нередко бародеформированием, но следует сказать, что только теми или иными видами гидроэкструзии бародеформирование не исчерпывается. Широкое распространение получили исследования свойств материалов на наковальнях Бриджмена с вращением. Квазивсестороннее сжатие реализуют также осадкой цилиндров исследуемого материала в толстостенных обоймах, причем и это далеко не всё. Последние из перечисленных видов воздействия принципиально позволяют реализацию при низких температурах.

Рассмотрим условную схему «мира деформации» (рис. 2), где мы встретимся с уже знакомыми нам криодеформированием и бародеформированием.

¹Согласно рекомендации, принятой 13 м конгрессом Международного института холода (1971), криогенными температурами следует называть температуры ниже 120 К.

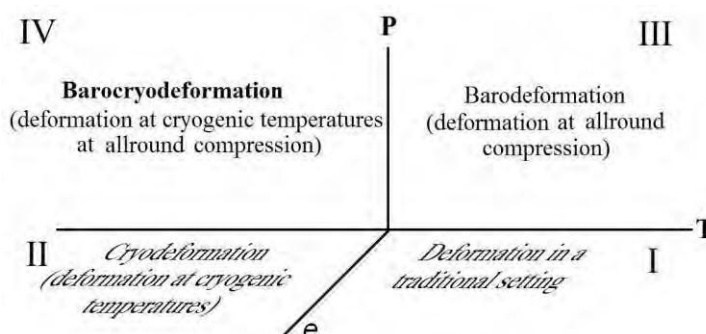


Рисунок 2 – Четыре континента «Мира деформирования» металлов. Т – температура, при которой проводится деформирование, е – степень деформации, Р – уровень всестороннего сжатия деформируемого объекта) [10]

Криодеформирование позволило достигать повышенного диспергирования структуры относительно деформирования в традиционной области температур. Путем бародеформирования оказалось возможным подвергать значительным пластическим деформациям низкопластичные и даже хрупкие материалы. Естественный вывод, который напрашивается при рассмотрении этой схемы – нужно освоить область IV – барокриодеформирование (БКД) – в которой можно пластически деформировать металлы при криогенных температурах в условиях всестороннего сжатия. В качестве примера такого воздействия можно привести упомянутую выше осадку в толстостенных обоймах и вращение на наковальнях Бриджмена, которые в последние два десятилетия исследователям удалось осуществить при 77 К [11, 12]. При этом, например, была обеспечена значительная пластическая деформация магния при криогенной температуре. Но наиболее близкие к гидростатическим условия при криодеформировании металла впервые были обеспечены низкотемпературным квазигидроэкструдированием поликристаллической меди в 1975 году [13]. Этот вид воздействия на металлы следовало бы называть барокриодеформированием путем низкотемпературной квазигидроэкструзии, но для упрощения именно его далее будем именовать просто барокриодеформированием. За основу была взята традиционная схема гидроэкструзии. При этом основная задача состояла в выборе среды, удовлетворяющей нескольким условиям, сформулированным Дж. Стюартом [14]. Среда по Стюарту должна обладать следующими параметрами:

1. Низкой прочностью на сдвиг.
2. При сдвиге должна испытывать пластическое течение, а не хрупкое разрушение.

3. Сжимаемость среды должна быть мала.
4. Среда должна быть химически инертна.

Для осуществления низкотемпературного квазигидроэкструдирования наилучшим материалом в таком качестве проявил себя индий. Технические подробности реализации низкотемпературной квазигидроэкструзии будут рассмотрены более подробно в последнем разделе, а сейчас следует отметить некоторые важнейшие моменты. Во-первых, экструдат выходит из камеры высокого давления целиком, в пресс-остатке наблюдается только среда (индий), то есть передающая давление среда действительно обеспечивает давление, близкое к гидростатическому, проталкивающее экструдат через матрицу. Во-вторых, наблюдается высокая однородность упрочнения по сечению экструдата вне зависимости от характеристик деформируемого объекта. Наличие «корыта» наблюдается только на относительно низкопрочных (например, медь) металлах, причем только на небольших степенях деформации. В остальных случаях, как правило, упрочнение по объему очень однородно (см., например, рис. 12,а).

БКД некоторых чистых металлов

Именно на поликристаллической меди были выполнены первые работы по барокриодеформированию, которые сразу же подтвердили важность наличия при пластическом деформировании двух одновременно действующих факторов –

всестороннего сжатия и криогенной температуры. Это хорошо иллюстрируется данными электронной микроскопии, полученными на поликристаллической меди, подвергавшейся прокатке при криогенных температурах (рис. 3) и барокриодеформированию (рис. 4).

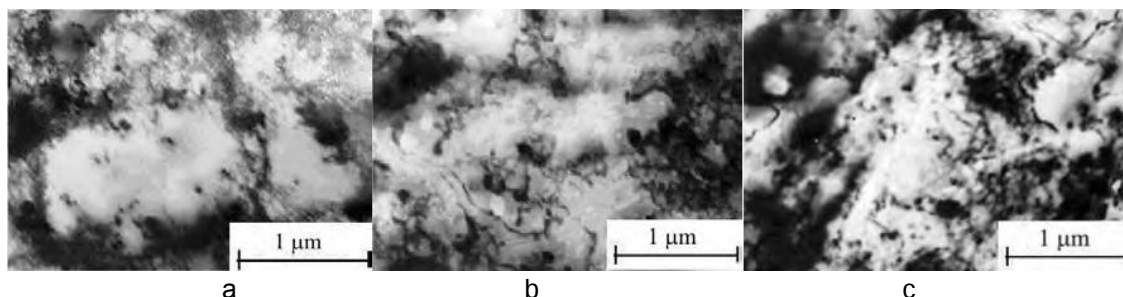
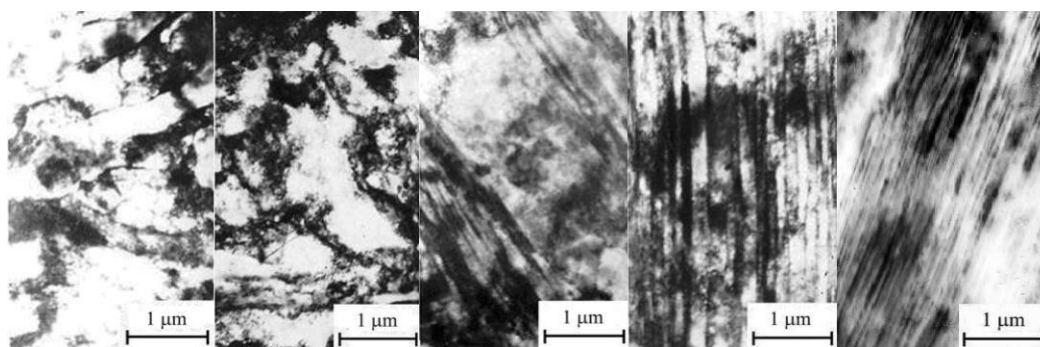


Рисунок 3 – Структура поликристаллической меди, прокатанной при 300 (a), 77 (b) и 20,4 К (c) [15]



abcde

Рисунок 4 – Структура поликристаллической меди, квазигидроэкструдированной при 300 (a), 190 (b), 125 (c), 77 (d) и 20,4 К (e) [16]

С понижением температуры прокатки (рис. 3) изменяется только дисперсность структуры, которая остается ярко выраженной ячеистой. Необходимо при этом подчеркнуть, что уровень достигаемой дисперсности очень высок, что иллюстрирует рис. 1б. Так как фрагментация структуры достигала нескольких десятков нанометров, то, если бы тогда существовал термин "наноструктурирование", им эту структуру с полным основанием можно было бы характеризовать. Достигаемое при этом медью упрочнение весьма высоко (рис. 1а), но разрушается при этом металл в случае испытаний на растяжение практически при нулевой пластичности ($T_{исп.}$ – комнатная).

Характер структуры меди, претерпевшей барокриодеформирование, принципиально иной. Если при квазигидроэкструдировании в условиях комнатной температуры (рис. 4,а) и пониженной до 190 К (рис. 4,б) принципиальных отличий от привычной ячеистой структуры не наблюдается, то уже при температуре БКД 125 К обнаруживаются области с регулярной упорядоченной структурой (рис. 4,с). Объекты, полученные барокриодеформированием при 77 К характеризуются достаточно регулярной структурой (рис. 4d), а БКД при 20,4 К приводит как к повышению дисперсности, так и к высокой регулярности наблюдаемой структуры.

Высокая степень порядка в распределении дефектов обеспечивает относительный минимум упругой энергии кристалла. На возможность существования таких упорядоченных "полосовых" структур уже указывали авторы [17]; высказывалось также предположение, что особенности дислокационного строения и взаимного расположения субграниц могут служить структурной причиной термической и механической устойчивости.

На том, что же определяет формирование такой упорядоченной структуры, следует остановиться особо. Высокоугловые развороты при наличии всестороннего сжатия затруднены. В противном случае потребовалась бы дополнительная работа против внешних сил, обеспечивающих всестороннее сжатие экструдированного тела.

Пластическая деформация кристаллитов металла в этих условиях идет с незначительной разориентацией близко расположенных слоев с чередующимся при этом знаком разориентации, что подтверждается микродифракционными исследованиями. Наблюдаемая дефектная структура представляет собой дислокационные стенки чередующегося знака, равноотстоящие друг от друга, характеризующиеся регулярным, периодическим расположением (рис 4, d-e). Фактор понижения температуры экструдирования важен потому, что при этом подавляются процессы динамического возврата, что предопределяет накопление в материале максимально возможной концентрации дефектов, приводящее при дальнейшем отеплении до комнатной температуры к образованию слоистой, регулярной, стабильной структуры. Тезис о том, что наблюдаемая структура является итогом как факта самого барокриодеформирования, так и последующего отепления до комнатной температуры следует особо подчеркнуть.

Были проведены специальные эксперименты по измерениям микротвердости и электросопротивления на экструдатах меди как непосредственно после экструдирования (до их отепления до комнатной температуры), так и после кратковременного пребывания при комнатной температуре (рис. 5) [16].

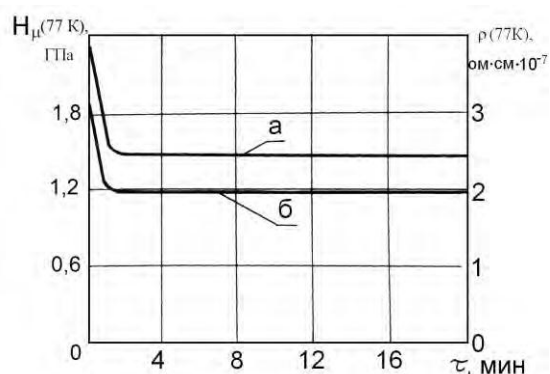


Рисунок 5 – Зависимость удельного электросопротивления ρ (кривая а) и микротвердости H_{μ} (кривая б) меди, экструдированной при 77K на 60%, от времени пребывания при 300K ($T_{изм} = 77$ K)

На объемный характер процессов, влияющих на изменение микротвердости металла по мере пребывания его при комнатной температуре после барокриодеформирования (рис. 5, кривая б), указывает аналогичный ход изменения электросопротивления (рис. 5, кривая а)

Описанные особенности структуры барокриодеформированной меди определяют характер пластической деформации, наблюдаемой при испытании этих объектов на растяжение. Деформационные кривые при испытаниях на растяжение при комнатной температуре имеют необычный вид (рис. 6).

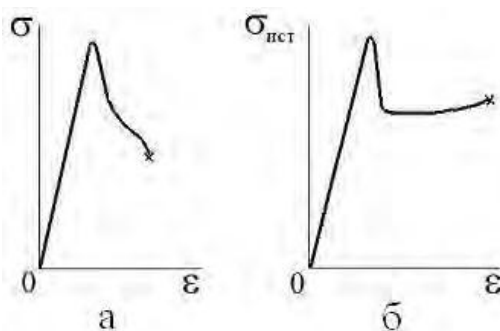


Рисунок 6 – Кривые растяжения экструдированной при 77 K меди (а – машинная, б – истинная)

Такой характер деформации присущ объектам, претерпевшим БКД на достаточно большие степени (60 % и выше), то есть имеющим характерную регулярную описанную выше структуру. Материал упруго деформируется вплоть до напряжений 700–720 МПа,

затем имеет место неконтролируемый сброс нагрузки с образованием шейки, и дальнейшая пластическая деформация протекает в области этой шейки, не превышая напряжений в 460–490 МПа.

Для объяснения обнаруженного эффекта были проведены следующие эксперименты. Как только образовывалась шейка, т.е. диаграмма растяжения проходила через зуб текучести, растяжение прекращали, диаметр рабочей части образца уменьшали на токарном станке до величины, меньшей диаметра образовавшейся шейки (рис. 7,б), и после этого образец снова испытывали на растяжение.

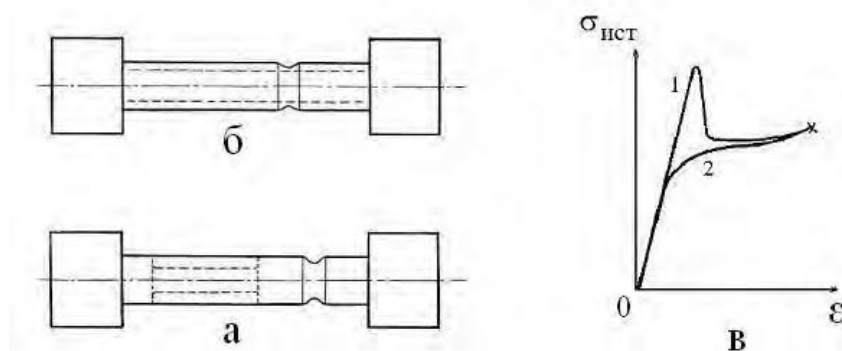


Рисунок 7 – Образцы из квазигидроэкструдированной при 77 К меди (а, б) и диаграммы их растяжения (в)

Такую операцию проводили последовательно несколько раз. Шейка образовывалась каждый раз на одном и том же месте, т.е. там, где она имела место во время первого растяжения. Максимальная нагрузка при последующих нагружениях не превышала 460–490 МПа, причем деформационногозуба текучести на этих последующихпослепервогорастяжениядиаграммах не наблюдалось (рис.7в, кривая 2).

Единственно возможный вывод таков, что, когда напряжения достигают критического уровня для данного структурного состояния, начинающаяся в металле пластическая деформация приводит к лавинообразной перестройке структуры, имеющей высокую устойчивость к деформирующим напряжениям, в какую-то другую модификацию структуры, столь высокой устойчивостью не обладающую. Но если пластическая деформация при образовании шейки ведет к разупрочнению металла, то естественно было предположить, что остальная часть образца (вне области шейки), в которой не происходила при испытаниях на растяжение пластическая деформация, не должна терять свою прочность. Для проверки данного предположения проделали следующий эксперимент: после образования шейки образец разгрузили, в стороне от нее сделали проточку до диаметра, существенно меньшего, чем диаметр образца в шейке (рис. 7,а), а затем этот образец снова испытали на растяжение. Диаграмма растяжения при этом оказалась такой же, как и при первоначальном нагружении, металл снова упруго деформировался вплоть до напряжений в 700–720 МПа с последующим лавинообразным спадом напряжений ниже 490 МПа (рис.7,в, кривая 1). При достижении предельных напряжений, при которых начинается пластическая деформация в каком-либо месте образца, структура, ответственная за столь высокие значения предела упругости, испытывает перестройку, причем неуправляемым, лавинообразным образом, и последующая пластическая деформация (вплоть до разрушения) имеет место именно в этой перестроившейся области, то есть, очевидно, в металле с иным структурным состоянием, чем то, которое металл имел непосредственно после низкотемпературного квазигидроэкструдирования.

Окончательное слово сказали электронномикроскопические исследования. Возможность упруго деформироваться вплоть до 700–720 МПа металл имел лишь до тех пор, пока сохранялась регулярная структура. При достижении этих напряжений структура скачкообразно перестраивалась в ячеистую, в образце образовывалась шейка, в области которой и развивалась вся последующая пластическая деформация

вплоть до разрушения при напряжениях, не превышающих 460–490 МПа. То есть материал упруго деформировался при 700 МПа и выше, а разрушался при напряжениях до 500 МПа. Как такое может быть? Объяснение этому получили с помощью структурных исследований. Дело оказалось в том, в рассматриваемых случаях металл находился в РАЗНОМ структурном состоянии. Упругой деформации сопротивлялась регулярная, сформировавшаяся в результате барокриодеформирования структура, а пластическая деформация протекала в объеме, где эта регулярная структура была вынуждена перестроиться в обычную ячеистую, с известным потолком возможностей.

Если возможность повышения прочностных характеристик при барокриодеформировании поликристаллов таких ГЦК металлов, как медь, никель, удивления не вызывала, то выяснение, каких результатов можно ожидать при осуществлении БКД монокристаллов этих металлов, представляло определенный интерес. Тем более что известны эксперименты по прокатке некоторых металлов при криогенных температурах. Так, при криопробатке монокристалла никеля текстурной ориентации наблюдали существенный прирост механических характеристик при сохранении исходной ориентации [18]. Результаты, полученные при барокриодеформировании монокристалльного никеля, оказались интересны в другом. Оказалось, что если обеспечить текстурную ориентацию деформируемой монокристалльной заготовки относительно направления криоэкструдирования, то металл, при сохранении достаточной степени совершенства, но испытавший существенное упрочнение, обнаруживает столь высокую термическую устойчивость, которая не наблюдается на металле, экструдированном при более высокой температуре (рис. 8)

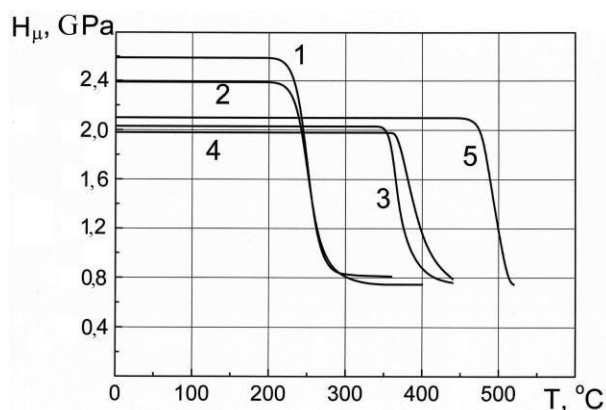


Рисунок 8 – Зависимость микротвердости квазигидроэкструдированного никеля от температуры получасовых отжигов. С направлением экструдирования совпадает ось $\langle 110 \rangle$ - кривые 1,2; ось $\langle 100 \rangle$ - кривые 3,4; ось $\langle 112 \rangle$ - кривая 5. Температура экструзии 77К – кривые 2, 4, 5, температура экструзии 20К – кривые 1,3

Прежде чем перейти от чистых металлов к более сложным системам, следует привести некоторые результаты, полученные при барокриодеформировании технического титана ВТ1-0. Они представляют интерес не столько с точки зрения информации о механических свойствах криодеформированного металла, сколько показывают возможности одного из эффективных инструментов структурных исследований – измерения акустической эмиссии. В работе [19] определяли содержание водорода в барокриодеформированном титане в сопоставлении с методами АЭ. Но исследования, связанные с содержанием водорода, представляют отдельный интерес и в тематику этой главы не входят, а вот на результатах, полученных методами АЭ, следует остановиться.

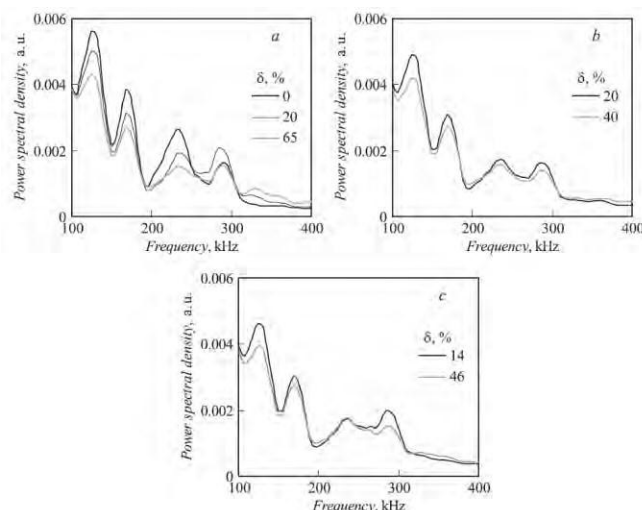


Рисунок 9 – Спектральные портреты сигналов АЭ при индентировании технического титана BT1-0 со степенью δ , полученного экструдированием при комн. температуре (а), при 77 К (б) и при 77 К с приложением противодавления (с). Кривая $\delta = 0$ % соответствует материалу в исходном состоянии [19]

Обращает на себя внимание чувствительность метода АЭ не столько к степени деформации (или ее отсутствия), как к условиям, в которых эта деформация происходила (температура, отсутствие или наличие усилий противодавления). Еще в одной работе, где исследовались объекты из титана BT1-0, как испытавшие деформацию в условиях всестороннего сжатия, так и подвергавшиеся сжатию без деформации [20], свойства металла исследовали как измерениями микротвердости, так и методами АЭ. И там, где измерения микротвердости не выявляли отклонений, акустическая эмиссия обнаруживала изменения характеристик, что говорит о желательности более активно брать этот метод на вооружение при исследовании таких специфических объектов.

Барокриодеформирование стали 0X18H10T

Наряду с интересными результатами, полученными при деформировании в условиях одновременного наличия сил всестороннего сжатия и криогенных температур чистых металлов, желательно также знать, какое воздействие подобные условия деформирования оказывают на материалы, широко применяемые на практике, например, на конструкционные сплавы и стали.

Наибольший объем исследований в этом направлении был выполнен на хромоникелевых нержавеющих сталях, в первую очередь, 0X18H10T.

Предназначенные для БКД заготовки из стали 0X18H10T подвергали гомогенизирующему отжигу при 1050°C с последующей закалкой в воду. Структура стали после такой обработки представляла собой чистый аустенит со средним размером зерна ~50 мкм, пределы текучести и прочности составляли, соответственно, 220 и 650 МПа, удлинение до разрыва – 42 %, микротвердость – около 1500 МПа.

Испытания на растяжение образцов из стали 0X18H10T, экструдированной при 300, 77 и 20,4 К, являют уже знакомый нам "веер". Чем ниже температура экструдирования, тем круче зависимость предела текучести от степени предварительной деформации, тем больших значений упрочнения возможно достичь (рис. 10).

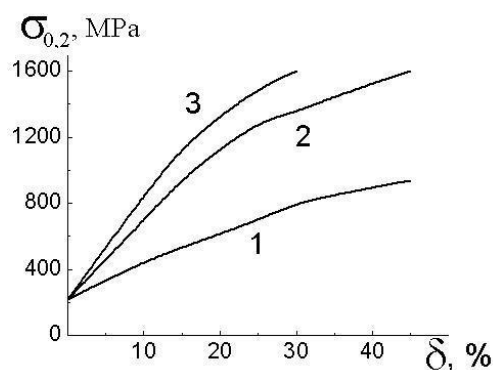


Рисунок 10 – Испытания на растяжение при комнатной температуре стали X18H10T после БКД при 300 (1), 77 (2) и 20,4 К (3)

Высокий уровень прочностных характеристик этой стали, достигаемый уже при относительно небольших (30–40 %) степенях деформации барокриодеформированием, обеспечивается, как свидетельствуют электронномикроскопические и рентгенографические исследования, благодаря практически полному (при деформациях 25–30% и выше) $\gamma - \alpha$ переходу при очень высокой дисперсности образующейся мартенситной структуры. К вопросу о полноте $\gamma - \alpha$ перехода вернемся позже, а вначале отметим особенности образующегося при этом деформировании мартенсита. Сталь 0X18H10T в исходном гомогенизированном состоянии характеризуется высокой пластичностью, благодаря чему накоплен немалый опыт волочения, прокатки, как при комнатной, так и при криогенных (как правило, 77 К) температурах объектов из этой стали. При этом при криодеформировании наблюдался частичный $\gamma - \alpha$ переход, причем было обнаружено, что нагрев такой структуры сопровождается процессами старения образовавшегося деформационного мартенсита, приводящими к повышению прочностных характеристик металла. Естественно, прирост их тем выше, чем выше концентрация образовавшегося мартенсита. Особый интерес представляет ситуация, когда, как в случае барокриодеформирования, можно изучить поведение стали, испытавшей практически полный $\gamma - \alpha$ переход.

На рисунке 11 показано изменение микротвердости стали X18H10T, подвергнутой деформированию при разных температурах.

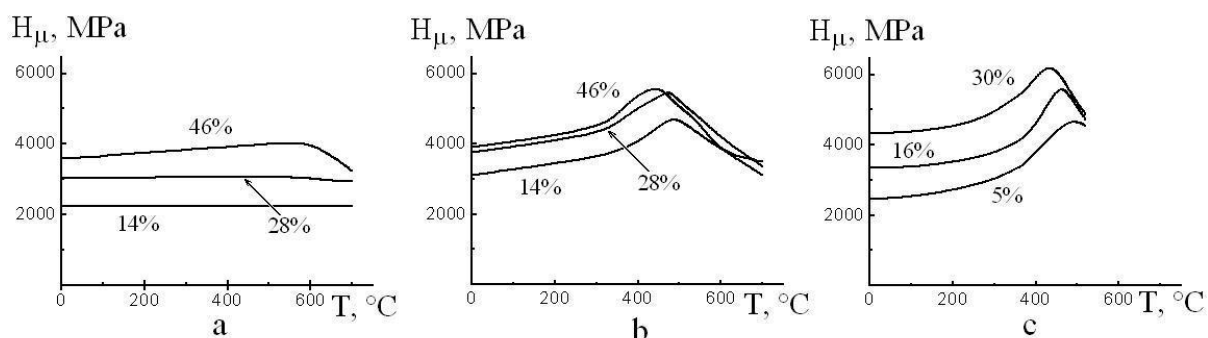


Рисунок 11 – Влияние термообработок на величину микротвердости стали X18H10T, подвергнутой БКД при 300 (а), 77 (b) и 20,4 К (с). В процентах указана степень деформации при БКД

На рисунке 11,а (экструдирование при комнатной температуре) показано, что небольшой прирост микротвердости, связанный с процессами старения мартенсита, наблюдается только на образце, испытывавшем существенную деформацию экструдированием (46 %), что не удивительно, так как при этой температуре деформационный мартенсит образуется в малых количествах.

На рисунке 11,б наблюдаются уже достаточно ярко выраженные пики на зависимостях микротвердости от температуры последеформационного отжига.

Прирост значений микротвердости достигает 30 % и более, а сам пик с ростом степени деформации несколько смещается в сторону более низких температур. Тем не менее, следует указать, что при других видах криодеформирования этой стали (прокатка, волочение и др.) максимум упрочнения наблюдается при 300–350 градусах Цельсия, то есть при существенно более низких температурах. Да и уровень значений микротвердости существенно ниже, так как эти виды деформирования не обеспечивают сравнимый с БКД уровень упрочнения, полнота γ - α перехода далека от стопроцентного.

В свете изложенного, вполне естественны результаты, приведенные на рисунке 11, с. Экструдирование при столь низкой температуре (20,4 К) определяет как полноту перехода, так и высокую дисперсность мартенсита, что при относительно невысоких степенях деформации определяет в итоге высокие механические характеристики состаренного объекта. Необходимо подчеркнуть, что испытания на растяжение полученных таким же образом объектов показали аналогичные результаты.

Высокие уровни пределов текучести или прочности не представляют особого интереса, если материал при этом разрушается хрупко. Разрушение описываемых объектов при растяжении имеет свои особенности.

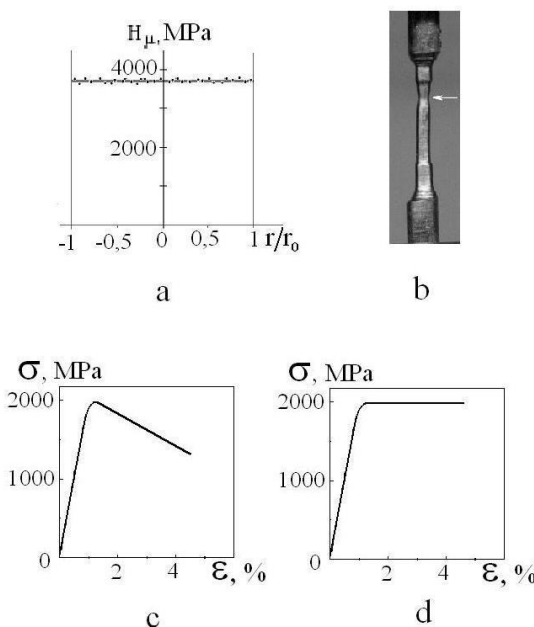


Рисунок 12 – Распределение H_{μ} по сечению экструдата, полученного БКД на 35% при 77 К (а); образец, не доведенный до разрушения в разрывной машине, стрелкой показана шейка (b); диаграммы растяжения стали, подвергнутой БКД: c – машинная, d – пересчитанная в истинные значения

На рисунке 12 представлены некоторые характеристики подвергнутой БКД при 77 К стали 0Х18Н10Т. Значения микротвердости по сечению полученного экструдата (рис. 12, а) свидетельствуют о высокой степени однородности упрочнения по сечению получаемого прутка. А на следующих рисунках показано поведение барокриодеформированной стали, состаренной в оптимальной области температур. Как видно, хрупкого разрушения не наблюдается, но реализуется существенный запас пластичности только в зоне шейки. На рисунке 12,б показан момент, когда испытания на растяжение были остановлены в момент образования шейки на образце.

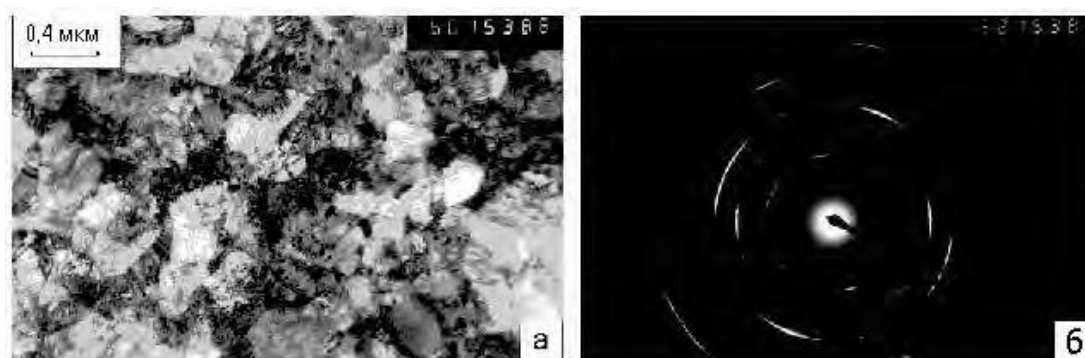


Рисунок 13 – Микроструктура (а) и электронограмма (б) образца стали X18H10T после БКД $\delta = 45\%$ при $T = 77\text{ K}$ и состаривающего отжига при $T = 750\text{ K}$

Определенные представления о характере структуры стали может дать рисунок 13.

В перечне требований, предъявляемых к конструкционным материалам, как правило, присутствует и вопрос о термоустойчивости свойств. Результаты испытаний образцов стали, полученных барокриодеформированием при 77 K и подвергнутых затем состаривающему отжигу, представлены на рис. 14. Обращает на себя внимание тот факт, что для получения более определенной информации о термоустойчивости этого состояния стали, образцы, показывавшие высокие (1,6 ГПа) значения предела текучести, выдерживали при температуре 500°C свыше 60 часов, и после этого их механические характеристики не снижались.

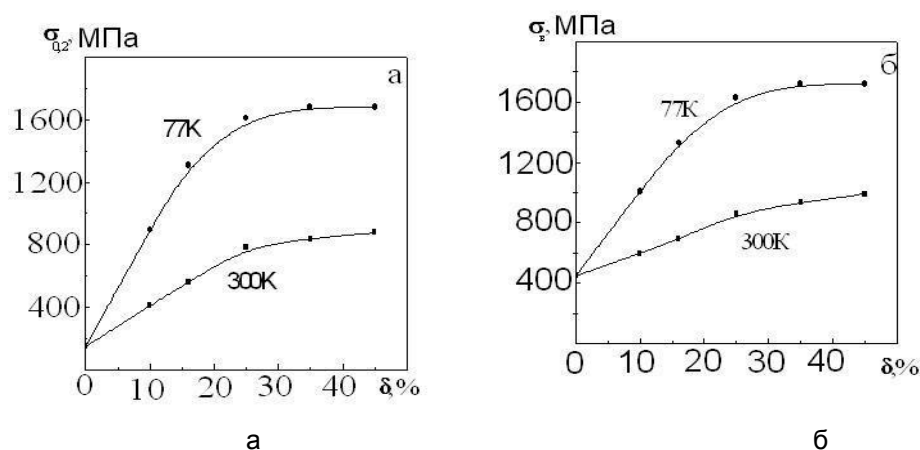


Рисунок 14 – Зависимость $\sigma_{0.2}$ (а) и σ_B (б) стали 0X18H10T, квазигидроэкструдированной при 300 и 77 K и состаренной при оптимальных температурах, от степени деформации при квазигидроэкструзии. ($T_{исп} = 770\text{ K}$)

Вся вышеприведенная информация приведена по стали в мартенситном состоянии, сформировавшемся в результате БКД. Но большой интерес представляла попытка превратить высокодисперсный мартенсит в аустенит также высокой дисперсности. Такая задача реализуема, если обеспечить кратковременный нагрев этого высокодисперсного мартенсита, достаточный для протекания обратного $\alpha - \gamma$ превращения, но так, чтобы не допустить начала роста образующихся зерен аустенита (рис. 15) [21].

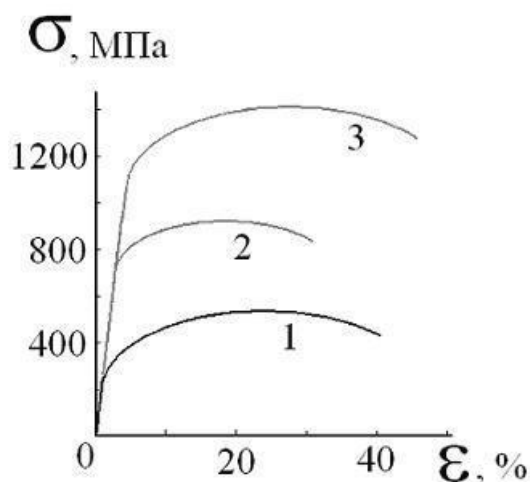


Рисунок 15 – Машинные кривые испытания на растяжение образцов стали 0X18H10T (при T-комн.). 1 – гомогенизированная по стандартному режиму сталь; 2 – аустенизация путем нагрева деформационного мартенсита прокатанной при 77 К стали; аустенизация по патенту [19] барокриодеформированной при 77 К стали

Условия реализации патента [21] достаточно прецизионны, но зато аустенизированная таким образом сталь 0X18H10T оказывается способной упруго деформироваться вплоть до 1000–1050 МПа, а затем она пластически деформируется вплоть до 42–44 %.

Для завершения настоящего раздела о свойствах барокриодеформированной стали 0X18H10T вернемся к вопросу о полноте $\gamma - \alpha$ перехода.

Поскольку известно, что плотность мартенсита ниже, чем плотность аустенита, возникает вопрос, как может при этих условиях реализоваться столь интенсивный $\gamma - \alpha$ переход? Ведь в силу меньшей плотности мартенсита, чем выше давление, тем $\gamma - \alpha$ переход энергетически менее выгоден.

Не вдаваясь в подробности эксперимента [22], можно сказать, что в этой работе была доказана двустадийность мартенситного превращения при БКД стали X18H10T. При прохождении матрицы испытывает превращение только часть материала, торможение превращения определяется силами всестороннего сжатия, действующими на экструдат. Но после прохождения экструдатом матрицы и полной разгрузки прессы силы всестороннего сжатия исчезают, а металл еще пребывает при криогенной температуре, способствующей мартенситному переходу. Высокий уровень внутренних напряжений, вызванных осуществленной пластической деформацией металла, обеспечивает дальнейшее продолжение мартенситного превращения, уже без наличия сил всестороннего сжатия, затрудняющих мартенситное превращение. И концентрация мартенсита в результате достигает очень высокого уровня.

Частный и общий случай барокриодеформирования

Рассмотрим некоторые принципиальные технические особенности реализации БКД. Они, в частности, были востребованы и в упомянутой выше работе [22], где была обнаружена двустадийность мартенситного превращения при БКД стали.

Зависимости предельной пластичности от давления для низкопластичных материалов характеризуются так называемым порогом пластичности, то есть таким уровнем прилагаемых к деформируемому телу сил всестороннего сжатия, при превышении которого материал обнаруживает пластичность, тем большую, чем выше приложенное давление (рис. 16).

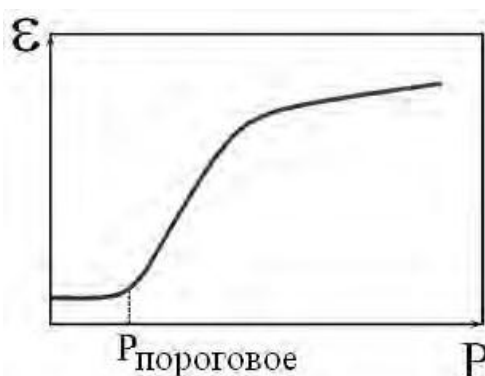


Рисунок 16 – Зависимость предельной пластичности ε при разрыве в условиях всестороннего давления P

Такие условия можно реализовать, применив схему, представленную на рисунке 17,б. Продавливание заготовки через матрицу осуществляется за счет разницы давлений в рабочем цилиндре и присоединяемой к нему камере противодавления. Чем более высокий уровень давления мы изначально обеспечим в этой камере, тем при более высоком давлении в рабочем цилиндре начнется продавливание заготовки через матрицу, то есть появляется возможность переместиться по шкале давлений вправо, преодолеть пороговое значение давления (см. рис. 16), выше которого материал начинает обнаруживать пластичность. Применение этого подхода в случае БКД, то есть при криогенных температурах, где в качестве рабочей среды используется твердое тело, потребовало новых технических решений, но оказалось вполне реализуемым. Такую схему осуществления барокриодеформирования, которая позволила задавать в достаточно широких пределах стартовое давление, при котором начинался процесс экструдирования, можно рассматривать как *общий случай БКД*, в отличие от деформирования по схеме, показанной на рисунке 17,а, где стартовое давление начала экструдирования однозначно определяется пределом текучести материала деформируемой заготовки. Схему, изображенную на рисунке 17,а, называют *частным случаем БКД*. Эффективность применения общего случая БКД для низкопластичных металлов иллюстрирует, например, рисунок 18.

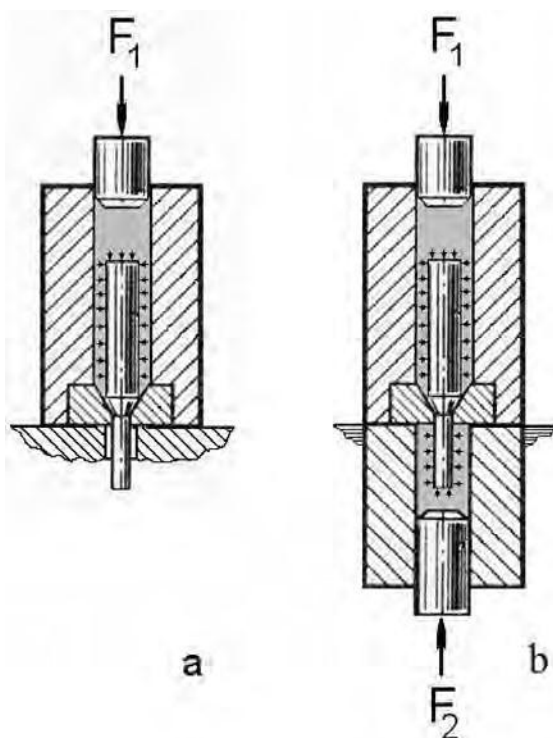


Рисунок 17 –Схемы гидроэкструзии
а – частный случай гидроэкструзии,
b – общий случай гидроэкструзии

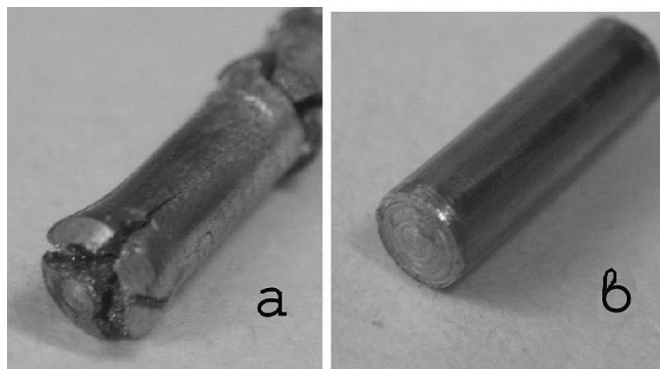


Рисунок 18 – БКД ст50 (пальцевой стали) при 77 К.
а – частный случай БКД, упрочнение 10-15 %; б – общий случай БКД (противодавление ~3 кбар), упрочнение 50–70 % при отсутствии нарушений сплошности.

Одним из преимуществ применения общего случая БКД является то, что он может благотворно влиять и на материалы с достаточным запасом пластичности, но относительно низким уровнем прочности. Сталь X18H10T, подвергнутая БКД с противодавлением всего на 10–15 % ($\epsilon \sim 0,15$), обнаружила такой уровень упрочнения, который не достигался при БКД в отсутствие противодавления во всем доступном диапазоне степеней деформации. Имея в исходном состоянии предел текучести менее 250 МПа, в результате деформирования с применением общего случая БКД сталь оказалась способной непосредственно после БКД упруго деформироваться вплоть до напряжений 1,6–1,7 ГПа, а после специальной термообработки предел текучести этой стали достиг 2,4–2,5 ГПа, причем без склонности к хрупкому разрушению, поперечное сужение в шейке при разрыве достигало 80–90 % ($T_{исп}$ – комнатная) [23]. Электронномикроскопические исследования показали, что и в этом случае, несмотря на столь небольшую деформацию при БКД, в стали имел место практически полный $\gamma - \alpha$ переход, а размер фрагментов структуры составлял 0,09–0,15 мкм при их разориентации $6^\circ - 8^\circ$ и выше.

Технические особенности применения БКД

Схема реализации БКД совпадает со схемой традиционной гидроэкструзии, но на внешнем сходстве это совпадение во многом и завершается. Использование жидкости в традиционной гидроэкструзии в качестве передающей давление среды предъявляет ряд существенных требований к основным узлам и деталям гидроэкструзионных устройств. В первую очередь, это специальные уплотнения, постоянный контроль оборудования для создания высоких давлений, особое внимание к подбору жидкости – передающей давление среды. Одна из проблем при этом – существенная сжимаемость большинства жидкостей, которые, накапливая энергию сжатия, способны создать аварийную ситуацию. Устройства для гидроэкструзии являются объектами повышенной опасности, что существенно ограничивает возможности широкого распространения этой технологии. В чем положительные технологические отличия барокриодеформирования по сравнению с гидроэкструзией?

В первую очередь – в полной безопасности используемой среды. Применение в качестве среды твердого тела снимает вопрос о вероятности аварийной ситуации в случае разрушения контейнера высокого давления, где размещены заготовка и передающая давление среда. Сжимаемость индия (а именно индий наилучшим образом зарекомендовал себя в качестве передающей давление среды) очень невелика ($5,2 \cdot 10^{-6} \text{ атм}^{-1}$), причем эта запасенная энергия не представляет опасности, так как, в отличие от жидкости, в случае разрушения сосуда высокого давления твердая среда в нем и остается, никуда не разлетается. В качестве положительного отличия одно из изобретений, касавшихся устройств для БКД, как раз и называло безопасность использования твердой среды. Важным технологическим аспектом оказалась и простота монтажа деформационных узлов для осуществления

низкотемпературной квазигидроэкструзии. В отличие от жидкости, вязкость твердой среды настолько высока, что специальных мер по удержанию ее в канале высокого давления не требуется. В то же время пластичность среды достаточна для того, чтобы обеспечить необходимую квазигидростатичность. Это подтверждает многолетняя совокупность экспериментов по низкотемпературной квазигидроэкструзии.

Отдельной технической задачей является организация БКД с противодавлением, иначе говоря – общего случая БКД. В течение длительного времени в устройствах для барокриодеформирования усилия противодавления обеспечивали размещением дополнительных «дресселирующих» фильер в основании камеры противодавления (рис. 19).

Однако использование эффекта дресселирования в среде столь существенной вязкости, которая присуща индию, сопряжено со многими сложностями. Причем, если определяемая этим недостаточная ламинарность течения индия сквозь фильеру противодавления была ожидаема, но свое слово сказала и структура. Хотя индий и используется в силу своих уникальных пластических свойств в качестве передающей давление среды, но, тем не менее, это – типичный металл, в котором в процессе пластической деформации при прохождении через матрицу идет накопление дефектов, накопление энергии деформации и активные процессы возврата. Накапливающийся в приемном объеме индий оказывается неоднородным по свойствам, что создает помехи равномерному поступлению свежих порций индия, поступающего через фильеру противодавления.

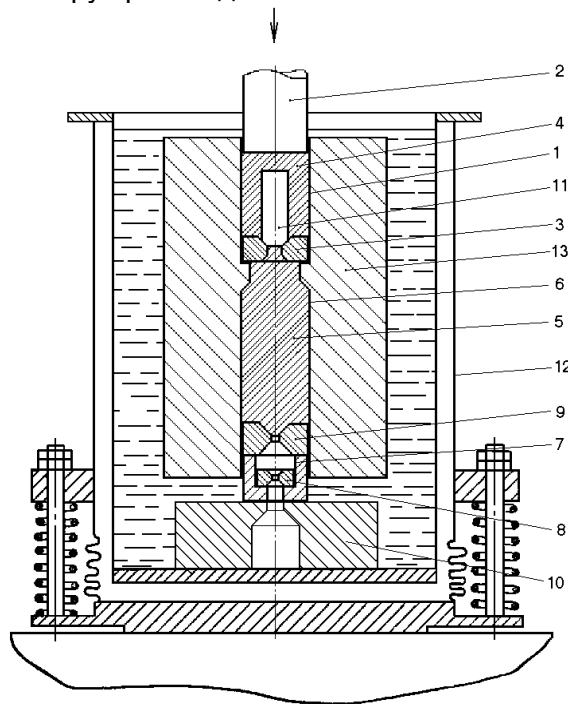


Рисунок 19 – Приставка к прессу для осуществления общего случая БКД (БКД с противодавлением). 1 – камера высокого давления, 2 – пуансон, 3 матрица, 4 передающая давление среда, 5 – передающая давление среда в камере противодавления, 6 – камера противодавления, 7 – дополнительная камера противодавления, 8 – фильера дополнительной камеры, 9 – фильера камеры противодавления, 10 – упор, 11 – заготовка, 12 – сосуд Дюара, 13 – блок камер высокого давления

В связи с этими сложностями на вооружение была взята классическая схема (рис. 20), используемая в устройствах гидроэкструзии с противодавлением, где применяют для обеспечения противодавления дополнительную заготовку, специальным образом подготовленную. В настоящее время БКД различных металлов и сплавов, если требуется приложение противодавления, осуществляется только по этой схеме. В качестве материала болванки используется прутки обычной стали Ст3,

причем эти болванки, испытавшие в свою очередь упрочнение при прохождении через фильеру камеры противодействия, тоже могут найти определенное применение.

Необходимо обратить внимание на конструкцию плунжера (пуансона) (позиция 12). Он именуется «плунжер составной», т.к. его конусная головка и прямой цилиндр являются двумя отдельными составляющими пуансона. Все основные элементы экструзионного устройства работают вблизи предела своих возможностей по реализуемым нагрузкам, причем пуансон является наиболее слабым местом. В связи с этим, оказалась очень полезной составная конструкция пуансона: головка с конусной частью выходит из строя редко, а прямая часть, представляющая собой обычный цилиндр, проста в изготовлении и легко заменяется. Головку и прямую часть можно соединить любым клеем, лишь бы пуансон не распался при сборке. В дальнейшем, как только в устройстве поднимается давление, пуансон уже ведет себя как одно целое.

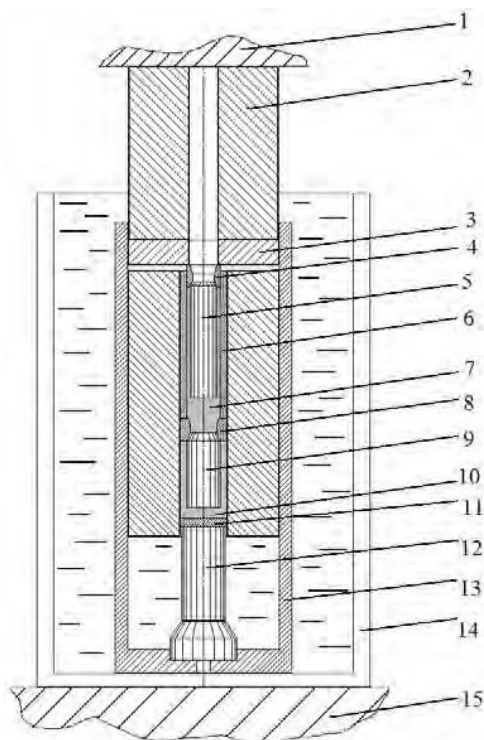


Рисунок 20 – Приставка к прессу для барокриодеформирования с противодействием.

1 – верхний упор пресса; 2 – приемный цилиндр; 3 – упор; 4 – фильера камеры противодействия; 5 – заготовка-болванка для создания противодействия; 6 – цилиндр камеры противодействия; 7 – передающая давление среда камеры ПД; 8 – фильера рабочей камеры; 9 – заготовка для барокриодеформирования; 10 – передающая давление среда рабочей камеры; 11 – уплотняющая проставка; 12 – плунжер (пуансон) составной; 13 – направляющий цилиндр; 14 – емкость с хладагентом; 15 – основание пресса

Необходимо обратить внимание на конструкцию плунжера (пуансона) (позиция 12). Он именуется «плунжер составной», т.к. его конусная головка и прямой цилиндр являются двумя отдельными составляющими пуансона. Все основные элементы экструзионного устройства работают вблизи предела своих возможностей по реализуемым нагрузкам, причем пуансон является наиболее слабым местом. В связи с этим, оказалась очень полезной составная конструкция пуансона: головка с конусной частью выходит из строя редко, а прямая часть, представляющая собой обычный цилиндр, проста в изготовлении и легко заменяется. Головку и прямую часть можно соединить любым клеем, лишь бы пуансон не распался при сборке. В дальнейшем, как только в устройстве поднимается давление, пуансон уже ведет себя как одно целое.

На рисунках 19 и рис. 20 представлены схемы устройств для работы с хладагентами, не требующими замкнутого контура (т.е. на практике – с жидким азотом). Но эффективность БКД, как это следует из ряда приведенных результатов,

повышается с понижением температуры экструдирования (см., например, рис. 4, 10, 11).

Устройство, на котором было осуществлено большое количество экспериментов по барокриодеформированию при 20,4 К (температуре жидкого водорода), представляет собой не приставку к промышленному прессу, а самостоятельный низкотемпературный пресс (с ручным приводом) усилием до 15 тс (рис. 21).

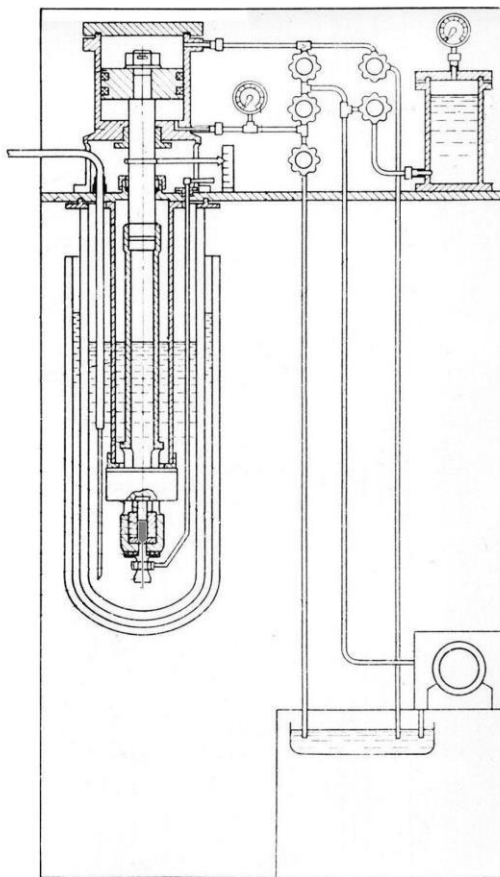


Рисунок 21 – Низкотемпературный экструзионный пресс

Конструкция представляет собой классическую схему испытательных устройств для работы с жидкими водородом и гелием.

Естественно, предпочтительнее осуществлять БКД на приставках к обычным серийным прессам, так как изготовление и эксплуатация специализированных низкотемпературных устройств сопряжена с дополнительными трудностями. Приставка для осуществления БКД с применением в качестве охладителя жидких водорода или гелия была изготовлена (рис. 22) [24], но на ней эксперименты почти не проводились, так как к этому времени ожижение водорода в Харьковском физико-техническом институте было прекращено. Тем не менее, следует здесь упомянуть об одной возможности, которая, если была бы реализована, позволила бы получить многие очень интересные результаты. Речь идет об использовании в качестве хладагента жидкого неона. Температура сжиженного неона 27 К, что несущественно выше температуры жидкого водорода (20,4 К), и значительно ниже температуры жидкого азота (77,4 К). Естественно, с жидким азотом работать проще, так как в силу его дешевизны не требуется замкнутый контур для его удержания. Зато снижение температуры пластического деформирования может определять значительный рост диспергирования структуры и, как следствие, оказывать существенное влияние на физико-механические свойства (см., например, рис. 1, рис. 4). В отличие от водорода, неон не взрывоопасен, устройства для его ожижения не требуют применения особых средств безопасности.

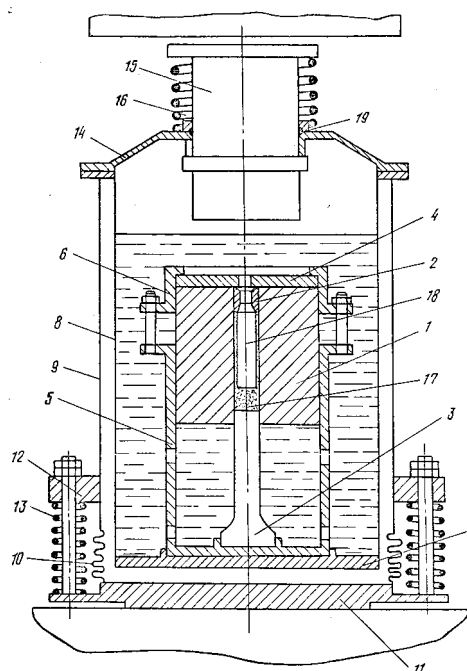


Рисунок 22 – Устройство для барокриодеформирования металлов с применением криогенных газов, требующих замкнутого контура.

- 1 – контейнер высокого давления; 2 – фильера; 3 – пуансон; 4 – промежуточный упор;
 5 – направляющий цилиндр; 6 – крышка направляющего цилиндра; 7 – днище внутреннее сосуда Дьюара; 8 – внутренняя колба сосуда Дьюара; 9 – внешняя колба сосуда Дьюара;
 10 – сильфон; 11 – внешнее днище сосуда Дьюара; 12 – направляющие; 13 – пружины;
 14 – крышка; 15 – перемещающийся приемник экструдата; 16 – пружина; 17 – передающая давление среда; 18 – заготовка; 19 – уплотнение крышки

Приводя описания устройств для проведения барокриодеформирования металлов, стоит упомянуть и еще об одном устройстве, которое было побочным результатом разработки низкотемпературных экструзионных устройств [25].

Несмотря на невысокую сжимаемость индия, при достаточном его количестве в камере высокого давления при выдавливании заготовок из материалов высокой прочности к моменту начала пластической деформации упругая энергия в сжатом индии накапливается в достаточном количестве, чтобы прохождение такой заготовки фильеры происходило с большой скоростью, фактически, выстрелом. В случае традиционной гидроэкструзии такие ситуации, где вслед за изделием может устремиться и поток сжатой жидкости, представляют собой опасность, специалисты с этим знакомы, оборудуют установки специальными гасителями, либо работают с приложением противодействия. В отличие от жидкостных устройств конструкции с применением твердой среды опасности не представляют. А вот заготовке, которую можно использовать в качестве разгоняемого бойка, возможно сообщить скорость до 400–500 м/сек. Обычно, для ударных исследований в такой скоростной области используют пороховые устройства, представляющие собой, естественно, устройства повышенной опасности. В нашем случае имеем устройство для ударных испытаний, безопасное в эксплуатации, причем, при определенных конструктивных доработках исследуемый объект может быть охлажден до низких температур.

Заключение

Высокодисперсного, наноструктурного состояния металла в настоящее время достигают практически двумя путями. Либо компактируют порошки, либо пластически деформируют монолитный металл. Компактированные объекты обладают как своими очень высокими положительными качествами, так и существенными недостатками, но нас интересует диспергирование структуры именно монолитного металла, осуществляемое, как правило, пластическим деформированием. Как описано выше, известные, широко применяемые методы и способы воздействия на металлы имеют

ограничения, определяемые температурой проведения деформирования. В случае невысокой пластичности деформируемого металла внутренние напряжения в процессе его деформирования приводят к образованию и развитию микротрещин, что тоже препятствует достижению желаемого результата. Вот почему описанные выше изменения условий пластического деформирования – понижение его температуры и приложение сил всестороннего сжатия – рассматриваются как важные, необходимые аспекты для получения результата – металла с высокими потребительскими характеристиками. Следует остановиться на том, что в факте понижения температуры и в приложении усилий всестороннего сжатия есть общие черты – подавляется подвижность атомов, возможность активации процессов возврата, определяемых температурой тела либо условиями подвижности атомов. Когда же после низкотемпературного деформирования материал начинает отепляться, перестройка структуры, конечно, имеет место (см. рис. 5). Результатом такой перестройки оказываются структуры, показанные на рис. 4, d, e, но это уже влияние последеформационных процессов, не связанных с процессом пластической деформации, имеющим место непосредственно во время БКД. То же можно сказать и о факторе приложения усилий всестороннего сжатия при барокриодеформировании. Наличие этих усилий во время деформирования понижает вероятность или вообще исключает возможность образования в материале микротрещин или иных микронесплошностей. Зато после окончания процесса барокриодеформирования, когда такой опасности уже нет, факт снятия усилий всестороннего сжатия, наоборот, оказывается полезным. Так, именно он способствует высокой полноте $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода барокриодеформированной стали 0X18H10T, что обеспечивает как ее высокие механические характеристики, так и является предпосылкой для формирования в дальнейшем высокодисперсной аустенитной структуры в стали.

Результаты, полученные при исследовании процессов барокриодеформирования различных металлов, в ряде случаев оказались достаточно неожиданными. Так, в результате понижения температуры экструдирования стали 0X18H10T в область криогенных оказалось возможным получить структуру с повышенной термической устойчивостью, что противоречит устоявшимся представлениям, согласно которым, чем ниже температура пластического деформирования металла, тем при более низких температурах следует ожидать на этом материале возврата свойств. Проведение барокриодеформирования с противодействием на этой же стали на очень небольшие степени ($\epsilon=0,1-0,15$) привело к такому уровню упрочнения стали (после дополнительных состаривающих отжигов), которые при больших степенях деформации достичь и не удалось. То есть так называемая интенсивная пластическая деформация (ИПД) совсем не является обязательным условием формирования в металле структуры, обладающей высокими физико-механическими характеристиками.

Многие экспериментальные факты, с которыми приходится сталкиваться при осуществлении БКД тех или иных материалов, объяснения еще не находят. Это касается и механизма формирования регулярных структур в барокриодеформированной меди, обладающих такими нетривиальными свойствами, и причин эффективности весьма малых пластических деформаций при наличии противодействия, приводящих к формированию устойчивых высокопрочных структур. Интересные результаты были получены при барокриодеформировании нимоника PE-16 [26], структура которого, согласно литературным данным, имеет весьма специфический характер (рис. 23) [27]. Этот материал используется, в частности, для лопаток турбин, рабочая температура – 750° Цельсия. Барокриодеформированием при 77 К удалось существенно, почти в полтора раза повысить предел текучести этого конструкционного сплав без потери термоустойчивости. Плотность дефектов, как следствие БКД, естественно повысилась, но увидеть по электронномикроскопическим исследованиям, что же способствовало закреплению структуры, не удалось.

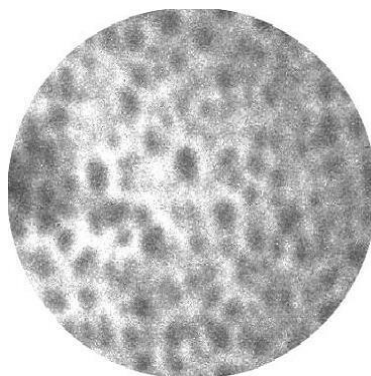


Рисунок 23 – Сферические выделения в сплаве РЕ 16 [27]

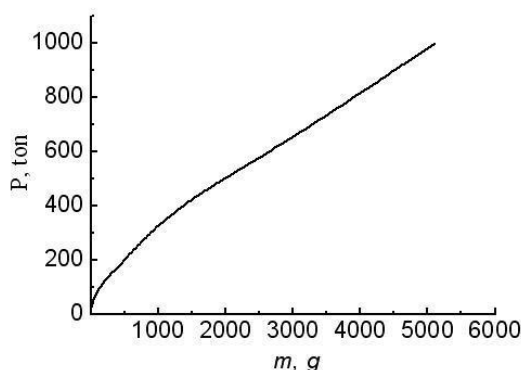


Рисунок 24 – Зависимость предельных усилий пресса для осуществления БКД при 77 К от массы предназначенной для обработки заготовки (оценка)

Отдавая должное обнаружению ряда полезных качеств, которые можно сообщить металлам и сплавам с помощью барокриодеформирования, необходимо отметить следующее. Геометрия процесса такова, что итоговым продуктом являются экструдаты цилиндрической формы относительно небольших габаритов. Грубая оценка позволяет оценить соотношение мощности используемого пресса и массы получаемого продукта (рис. 24) [28].

Повторим, что важным для практической реализации БКД является то, что, несмотря на весьма высокие давления в рабочей камере экструзионного устройства (25–30 и более кбар), отсутствует опасность травматизма в случае разрушения этой камеры, так как твердая промежуточная среда остается при этом в камере в отличие от жидких сред, образующих в таких случаях смертельно опасные струи.

Изложенное выше позволяет считать разумным расширение и углубление исследований в этом направлении, использование результатов этих исследований для нужд машиностроения, медицины, других сфер человеческой деятельности.

Список литературы:

1. Segal V.M. Materials processing by simple shear. // Mater.Sci. Engineer. A., 1995.– Vol.197, #2.– P. 157-164.
2. Y. Beygelzimer, Grain refinement versus voids accumulation during severe plastic deformations of polycrystals: mathematical simulations, Mechanics of Materials, V. 37 (2005) – P. 753-767.
3. O.V. Chernyi, G.E. Storozhilov, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilicheva, Ya.D. Starodubov, O.I. Volchok, L.A. Chirkina, M.B. Lazareva, V.S. Okovit. Structure and Properties of Differently Directed Deformed Niobium-Titanium Alloy”, IEEE Trans. Appl. Superconductivity/, 2005.– Vol. 15, # 2.– P. 3502-3505.
4. Mulyukov, R.R., Imayev, R.M., and Nazarov, A.A. (2008) J. Mater. Sci., 43, Q9 7257, 1993.
5. И.А.Гиндин, М.Б.Лазарева, В.П.Лебедев, Я.Д.Стародубов, В.М.Мацевитый, В.И.Хоткевич.//ФММ, 1967.– Т.24, вып.2.– С. 347-353.
6. Новиков Н.В., Городисский Н.И. Митом, 1975.– №2. –С. 67-68.

7. Pugh, H.L.D., Lees, J., Ashcroft, K., and Gunn, D. (1961) *Engineering*, 212 (5508), 258
8. Y. Beygelzimer, D. Orlov, V. Varyukhin. A new severe plastic deformation method: Twist Extrusion/Ultrafine Grained Materials II. Proceedings of a Symposium held during the 2002 TMS Annual Meeting I, Seattle, Washington, February 17-21, 2002 / edited by Y. Zhu, T. Langdon, R. Mishra, S. Semiatin, M. Saran, T. Lowe, P. 297-304 (2002).
9. Spuskanyuk, V., Spuskanyuk, A., and Varyuhin, V. (2008) *J. Mater. Process Technol.*, 203, 305–309.
10. P.A. Khaimovich. Metal Nanostructuring through Cryodeformation under All-Round Compression. " Handbook of Mechanical Nanostructuring". Published 2015 by Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. – P.435-448.
11. Пилюгин В. П., Воронова Л. М., Дегтярев М. В., Чашухина Т. И.// XIX Петербургские чтения по проблемам прочности, 13-15 апреля 2010 г., Санкт-Петербург. –С. 263-265.
12. Кругликов Н.А., Каменецкий Б.И., Волков А.Ю., Саврай Р.В., Власова А.М. //XIX Петербургские чтения по проблемам прочности, 13-15 апреля 2010 г., Санкт-Петербург. – С. 226-228.
13. Я.Д.Стародубов, П.А.Хаймович. Квазидидроэкструдирование металлов в диапазоне температур 300-4,2 К. // Проблемы прочности, 1975. – №10.– С. 116-117.
14. Дж.Стюарт. Высокие давления при низких температурах. В кн.: Современная техника сверхвысоких давлений.- М.: Мир, 1964. – С.284-313.
15. И.А.Гиндин, М.Б.Лазарева, В.П.Лебедев, Я.Д.Стародубов. ФММ.– Т.23, №1, 138 (1967).
16. П.А.Хаймович. На пути к барокриодеформированию. В кн. Перспективные материалы, т.3. , ТГУ, МИСиС, 2009. – С. 363-406.
17. Лихачев В.А., Рыбин В.В. Дисциплинации в идеально фрагментированном кристалле //Физика твердого тела, 1976. –Т. 18, вып. 1. – С.163-165
18. Гиндин И. А., Стародубов Я.Д., Аксенов В.К. // Украинский физический журнал, 1974. –Т.19, вып. 11. – С. 1834-1842.
19. Черняева Е.В., Хаймович П.А., Полянский А.М., Полянский В.А., Мерсон Д.Л., Замлер Е.Г., Яковлев Ю.А. Влияние барокриодерформирования на содержание водорода и акустическую эмиссию в техническом титане ВТ1-0.// ЖТФ, 2011.– Т. 81, вып. 4.– С.131-134
20. П.А.Хаймович, Е.В.Черняева, Н.А.Шульгин. Влияние приложения сил всестороннего сжатия при криогенных температурах на свойства сплава ВТ1-0.// ВАНТ, 2015.– №5(99). – С. 105-108.
21. П.А. Хаймович «Способ обработки стали аустенитного класса». Патент Украины №79726. 2007 г.
22. Антошина И.А., Черняева Е.В., Хаймович П.А., Шульгин Н.А. Особенности структурообразования при барокриодеформировании стали аустенитного класса. //ФММ, 2016.– т.117, вып.10.– 1048-1051
23. Хаймович П.А. Способ получения наноструктурного состояния металлов и сплавов и устройство для его реализации. Патент України №75155, 2006.
24. В.У.Асанов, А.В.Мац, П.А.Хаймович. Установка для экструзии при низких температурах. А.с. СССР, №1080292
25. И.А.Гиндин, П.А.Данилов, П.А.Хаймович. Установка для ударного нагружения испытуемого объекта. А.с. СССР, №1236878, 1983.
26. Оковит В.С., Хаймович П.А. Влияние особенностей исходной структуры сплава РЕ 16 на его свойства после барокриодеформирования. //Материалы 47 Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», 1-5 июля 2008, Н.Новгород.– С.98-99 24.
27. Ксенофонтов В.А., Саданов Е.В., Михайловский И.М., Великодная О.А. Вопросы атомной науки и техники. 2006. №4. Серия: Физика радиац. повреждений и радиационное материаловедение (89), с.35-37.
28. А.В.Мац, П.А.Хаймович. Барокриодеформирование стали Х18Н10Т.// ФТВД, 2009.- Т.19, №1. - С.69-77.