PACS: 61.66.-f, 62.20.-x

Е.Г. Пашинская¹, И.В. Марчук², А.А. Толпа³, А.И. Максаков³, И.И. Тищенко¹

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА ПОСЛЕ ПРОКАТКИ ПО СТАНДАРТНОЙ И Т-Д-ТЕХНОЛОГИЯМ

¹Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

²Донецкий национальный технический университет ул. Артема, 58, г. Донецк, 83000, Украина

³НПО «Доникс» ул. Зайцева, 46а, г. Донецк, 83086, Украина

Статья поступила в редакцию 21 октября 2003 года

Проведен сравнительный анализ влияния стандартной схемы деформации и экспериментальной комбинированной технологии (Т-Д), разработанной НПО «Доникс», на изменение структуры и свойств дюралюминиевого сплава Д1. Показано, что сформированная после экспериментальной прокатки структура отличается большей степенью измельчения (нанофрагменты размером 0.3–0.5 µm), более высокой степенью равномерности, менее ярко выраженной анизотропией свойств и структуры вдоль направления оси деформации. Полученная структура проявляет свои особенности и при последующих нагревах.

Использование новых методов пластической деформации является одним из наиболее перспективных направлений в создании мелкокристаллических материалов с уникальными свойствами. В последнее время становится все более очевидным тот факт, что традиционные формы термодеформационной обработки разработаны настолько полно, что невозможно ожидать значительного изменения соотношения прочность–пластичность получаемых материалов. В то же время все чаще появляются работы по так называемым интенсивным пластическим деформациям, направленные на получение материалов с одновременно высоким уровнем прочности и пластичности [1,2]. Однако предложенные схемы деформации не могут быть реализованы в поточном производстве. И хотя неоспорима их ценность в смысле понимания законов структурообразования в материалах при комбинированных сложнонапряженных состояниях, все очевиднее становится необходимость применения полученных знаний для организации новых комбинированных схем деформации для реального крупнотоннажного производства (прокатки, волочения). НПО «Доникс» совместно с Криворожским металлургическим комбинатом проводят исследования по Т-Д-технологии, которая заключается в создании при прокатке особых сдвиговых деформаций, вызывающих образование структуры, типичной для материалов после ИПД. В течение ряда лет выполняются работы, направленные на совершенствование технологии Т-Дпрокатки, установление оптимальных термодеформационных режимов для различных марок сталей, режимов охлаждения после прокатки [3,4]. Поэтому появилась необходимость постановки модельных экспериментов по влиянию Т-Д-прокатки на формирование структуры и свойств металла.

Целью данной работы было показать отличия в структуре и свойствах металла при использовании двух технологий: стандартной и экспериментальной. Поскольку формирование структуры сталей в случае применения Т-Добработки осуществляется в основном при их горячей прокатке в аустенитной области (ГЦК-решетка), для экспериментов был выбран алюминиевый сплав Д1, также имеющий ГЦК-решетку [5]. Деформацию осуществляли без нагрева, чтобы избежать влияния полиморфных превращений.

Материал и методика эксперимента

Химический состав исследуемого сплава следующий: Cu – 3.8–4.8; Mn – 0.4–0.8; Mg – 0.4–0.8; Si < 0.7; Fe < 0.7. Структура дюралюминия после отжига представляет собой твердый раствор и вторичные включения различных интерметаллических соединений. После закалки с оптимальных (500°C) температур основное количество соединений CuAL₂ и Mg₂Si растворяется в алюминии [6]. Соединения железа не растворяются, поэтому его включения наблюдаются в алюминиевом твердом растворе (рис. 1). Это состояние материала было выбрано в качестве исходного для проведения сравнительного анализа влияния на структуру и свойства дюралюминия стандартной и T-Д-



Рис. 1. Микроструктура сплава Д1 после закалки (поперечное сечение, ×1000, расстояние между делениями 10 µm)

прокатки. Пруток диаметром 30 mm закаливали при температуре 500°С в воду с последующим естественным старением. Образцы выдерживали при комнатной температуре для завершения процесса старения в полном объеме, ведь хорошо известно [5,6], что требуется 5-7 сустарения для ток сплава Д1 после закалки.

Микроструктуру закаленных и деформированных образцов исследовали при увеличениях 200–3000 на приборе «Neophot-32» после многократной полировки и двухстадийного травления границ зерен растворами (HF + HCl + H₂O) и концентрированным (H₂O + HF) [7]. Фотографирование осуществляли цифровой камерой «Nikon». На образцах в поперечном и продольном направлениях проводили количественную оценку размеров зерен и их фрагментов, а также измеряли микротвердость при нагрузке 25 g. Статистическую обработку полученных результатов осуществляли с помощью программы Statistica 5.5A.

На автоматизированной установке ДРОН-3 выполняли рентгеноструктурный анализ (РСА) образцов в продольном и поперечном направлениях после деформации с целью определения размеров кристаллитов и микронапряжений в кристаллах. Метод позволяет получить статистически надежную информацию о параметре решетки, размере зерен-кристаллитов, микроискажениях, кристаллографической текстуре, а также определить степень анизотропии после деформации [8,9]. Съемку проводили в излучении железа. В качестве эталона принят монолитный образец из химически чистого (99.99%) алюминия. После прокатки его подвергали прессованию, в результате чего логарифмическая степень деформации материала ε = 1.1. Для снятия внутренних напряжений, вызванных деформационной обработкой, и получения сравнительно крупного зерна образец нагревали до 400°С в течение 25 min, после чего охлаждали с открытой печью (для исключения выделения вторичных фаз). Съемка рентгенограммы отожженного образца была эталонной: сравнение с ней позволило разделить эффекты, вносящие вклад в изменение структуры при различных типах деформации.

Кроме того, проводили искусственное старение материала при температурах 50; 100; 150°С. Контроль изменений структуры и свойств осуществляли на всех этапах деформации и термической обработки.

Основные результаты и их обсуждение

Микротвердость образцов, прокатанных по стандартной и экспериментальной схемам, измеряли на всех этапах деформации. На рис. 2 приведены данные по увеличению микротвердости при повышении степени деформации по стандартной и Т-Д-технологиям в поперечном и продольном направлениях. Степень деформации рассчитана по формуле $\varepsilon = \ln S_0/S_f$, где S_0 и S_f – начальная и конечная площади поперечного сечения образца, mm². Из анализа графика видно, что в стандартных образцах на всех этапах деформации микротвердость в поперечном сечении выше, чем в продольном. Помимо того, разница в значениях микротвердости для разных сечений с увеличением степени деформации возрастает ($\Delta H_{\mu} = 20$; 30; 35 N/mm²), однако на последнем проходе вновь уменьшается ($\Delta H_{\mu} = 20$ N/mm²). Для Т-Д-образцов на первом этапе деформирования микротвердость в продольном сечении выше, чем в поперечном, на последующих этапах тенденция аналогична стандартным образцам. С ростом степени деформации разница в значениях микротвердости для продольного и поперечного сечений увеличивается ($\Delta H_{\mu} = 12$; 17; 25; 45 N/mm²). В целом с повышением степени деформации для всех образцов наблюдается рост значений микротвердости в обоих сечениях, только в последнем проходе на Т-Д-образцах микротвердость понижается, причем в продольном сечении более значительно.



Рис. 2. Зависимость микротвердости H_{μ} от степени деформации є в поперечном (\blacksquare – стандартная, \bullet – Т-Д-прокатка) и продольном (\blacktriangle – стандартная, \blacktriangledown – Т-Д-прокатка) сечениях

На начальных этапах деформации анизотропия микротвердости при Т-Добработке меньше, чем при стандартной, однако на последнем этапе превышает анизотропию H_{μ} в стандартных образцах. Падение микротвердости на последнем переходе может быть связано с протеканием рекристаллизации *in situ* в процессе деформации без дополнительного нагрева [2]. Еще одним аргументом в пользу такой точки зрения может служить тот факт, что при использовании Т-Д-технологии одинаковый уровень микротвердости достигается по сравнению со стандартной технологией при меньших степенях деформации (наблюдается после 2-го и 3-го проходов). Следовательно, Т-Дтехнология может провоцировать развитие рекристаллизации *in situ* раньше, чем стандартная прокатка. Однако протекание этого процесса должно найти отражение в изменении формы зерна (коэффициента вытянутости) и плотности дислокаций. Поэтому для оценки данных величин целесообразно было провести количественную металлографию.

Представленная на рис. 1 типичная структура сплава после закалки имеет размер зерна от 6 до 60 µm. Прокатка по стандартной и Т-Д-схемам в попе-

речном сечении приводит к общему измельчению структуры и выделений второй фазы CuAL₂ и Mg₂Si. Размер зерна на первых этапах деформации уменьшается до 6-20 µm. На последних этапах деформации для Т-Д-прокатки характерно появление мельчайших (0.3-0.5 µm) равноосных фрагментов (рис. 3, δ), в то время как для стандартной технологии характерен размер зерен 1-4 µm. Если рекристаллизация имела место, то это также должно привести к уменьшению вытянутости зерен в продольном сечении на последних проходах, что хорошо иллюстрируется рис. 3,а. Необходимо подчеркнуть, что на рис. 3 представлена микроструктура дюралюминия в продольном сечении. Аналогичные изменения структуры наблюдались и в поперечном сечении. Обращает на себя внимание факт отсутствия полосчатости структуры на последних проходах после Т-Д-прокатки. Это может подтверждать высказанное выше предположение о рекристаллизации в процессе деформации. Выполненный количественный металлографический анализ показал (табл. 1), что зерна измельчаются: стандартная деформация приводит к появлению анизотропии размера зерен и характеризуется повышенным коэффициентом вытянутости (k = 4.37), а Т-Д-прокатка измельчает структуру более равномерно (k = 2.04). В то же время данные эффекты должны проявиться при исследованиях тонкой структуры материала методом РСА.



Рис. 3. Микроструктура дюралюминия (продольное сечение) в зависимости от степени деформации для стандартной (*a*) и Т-Д-прокатки (*б*) (одно деление 10 µm)

Известно, что рентгенограммы деформированных материалов характеризуются целым рядом особенностей [4,5]. РСА позволяет получить статистически надежную информацию о параметре решетки, размере зерен-кристаллитов, микроискажениях, кристаллографической структуре. В литом алюминиевом сплаве зерна имеют произвольную ориентировку. После холодной деформации образуется текстура из-за того, что большое число зерен и фрагментов приобретают одинаковые ориентировки. Это обусловливается скольжением по определенным кристаллографическим плоскостям и направлениям. Скольжение происходит по плоскостям {111}, параллельным оси прутка. Кристаллографические направления, перпендикулярные оси, ориентированы произвольно. Образование текстур приводит к некоторой анизотропии свойств.

Таблица 1

	Размер зерна (поперечное сечение), µm					
Обработка	мини- мальный	макси- мальный	средний			
			длина зерна, <i>l</i>	ширина зерна, <i>b</i>	коэффициент вытянутости зерен, <i>l/b</i>	
Закалка	3	42	19	6.45	2.9	
Т-Д-прокатка	1	6.03	2.93	1.46	2.04	
Стандартная про- катка	1	11.39	6.89	1.57	4.37	
Т-Д-прокатка, от- пуск, 150°С, 155 min	1	13	6.1	2.08	2.93	
Стандартная про- катка, отпуск, 150°C, 155 min	1	7	4.53	2.7	1.7	

Количественный анализ микроструктуры сплава Д1

Для проведения РСА были использованы образцы с наибольшими степенями деформации, т.е. после 4 проходов. Материал после стандартной и Т-Д-обработок имел степень деформации є, равную 2.65 и 2.41 соответственно. Наклепанный при подготовке шлифа слой был устранен путем травления в растворе едкого натра [7]. Съемку образцов производили в продольном и поперечном сечениях. Для наиболее тщательного анализа процессов, происходящих в результате деформации, использовали две пары дифракционных линий: (111) и (222), (200) и (400). Разделение вкладов в уширение физического профиля рентгеновских пиков производили методом Уоррена– Авербаха с использованием двух пар рентгеновских пиков. Суть этого метода состоит в разделении вкладов размера зерен и микроискажений в уширение рентгеновских пиков (*hkl*), основанном на различной зависимости этих вкладов от порядка отражения [8,9].

На рис. 4 приведена рентгенограмма линии (222) для обоих типов обработки. Сравнение интенсивностей (с учетом того, что съемка производилась в аналогичных условиях) позволяет говорить об относительно большом размере зерен образцов, прокатанных по стандартной технологии по сравнению с Т-Д. Об этом свидетельствует ухудшение разрешения дуплета.

Сравнение соотношений уширений 1-го и 2-го порядков позволило сделать качественный анализ тонкой кристаллической структуры сплава Д1. При анализе уширений видно, что для Т-Д-прокатки в продольном сечении характерно менее напряженное состояние в сравнении с эталоном и образцами после стандартной прокатки. В то же время в поперечном сечении уширения образцов для обеих схем деформации практически одинаковы, что аналогично значениям микротвердости в этом же сечении. Такая же зависимость наблюдается и для параметра решетки, посчитанного из отражений (111) и (200). Блоки в материале после Т-Д-обработки в поперечном сечении крупнее, чем в продольном (табл. 2). В целом структура после Т-Д-прокатки имеет менее ярко выраженную текстуру – зерно более мелкое и равномерное. Об этом свидетельствует также анализ микроискажений (табл. 2). В образцах после Т-Д-прокатки меньше разница напряжений в продольном и поперечном сечениях, чем в образцах, прокатанных по стандартной технологии.



Рис. 4. Изменение интенсивности *I* линии (222) в продольном направлении после стандартной (●) и Т-Д-прокатки (□)

Таблица 2

Характеристика образца		Микронапряжения,	Donion Stokop um
прокатка	сечение	10 ⁻⁴	газмер олоков, µш
Стандартная	Продольное	4.097	0.49
	Поперечное	1.795	0.42
Т-Д	Продольное	3.523	0.33
	Поперечное	2.121	0.91

Микронапряжения и размеры блоков в зависимости от вида деформации и сечения

Плотность дислокаций по данным о размерах блоков и величине микронапряжений кристаллической решетки определяли по формуле $\rho = 3n/D^2$ [8] (где n – число дислокаций на каждой грани блока (для хаотично распределенных дислокаций n = 1); D – размер блока). Эта формула позволяет лишь качественно оценить плотность дислокаций в пластически деформированных металлах и сопоставить материалы, обработанные при разных режимах (табл. 3).

Таблица 3

Характеристика образца		Плотность дислокаций, cm^{-2}		
прокатка	сечение	линии (111) и (222)	линии (200) и (400)	
Стандартная	Поперечное	$17.01 \cdot 10^8$	$1.78 \cdot 10^8$	
$(\epsilon = 2.65)$	Продольное	12.49·10 ⁸	$0.09 \cdot 10^8$	
Т-Д	Поперечное	$3.62 \cdot 10^8$	0.39·10 ⁸	
$(\epsilon = 2.41)$	Продольное	27.55·10 ⁸	$4.6 \cdot 10^5$	

Результаты определения плотности дислокаций

После Т-Д-прокатки большие размеры зерен и блоков в перпендикулярном сечении (по сравнению с продольным) в сочетании с низкой плотностью дислокаций позволяют говорить о протекании процесса рекристаллизации. Аналогичные явления наблюдаются и при анализе размеров зерен в разных сечениях, выполненном при изучении микроструктуры. Все сказанное подтверждает гипотезу о разрушении текстуры при Т-Д-обработке на последних стадиях деформации в результате процесса рекристаллизации *in situ*.

Различия в структуре особенно сильно проявляются при небольших нагревах (рис. 5). Очевидно, что структура материала после стандартной и Т-Д-прокатки отличается не только размером зерен, но и дислокационной структурой. Вероятно, материал после Т-Д-деформации имеет более подвижные дислокации, поэтому процессы разупрочнения идут более активно, уровень микротвердости значительно падает, что свидетельствует о бо́льшем запасе пластичности материала. Именно вследствие этого факта эффект от Т-Д-прокатки ощутимо проявляется при дальнейшей деформации.



Рис. 5. Изменение микротвердости H_{μ} деформированного дюралюминия при отпуске $T = 50^{\circ}$ С в зависимости от времени отпуска t: \Box – стандартная ($\varepsilon = 2.65$), • – Т-Д-прокатка ($\varepsilon = 2.41$)

Представляется интересным проследить изменение свойств (в частности, микротвердости) материала при нагреве на 50; 100; 150°С в течение 5; 20; 65; 155 min (рис. 6).



Рис. 6. Зависимость микротвердости H_{μ} от степени деформации є для образцов, деформированных по стандартной (■ – 50°С, • – 100°С) и Т-Д-технологии (▼ – 50°С, ◀ – 150°С), после отпуска в течение 155 min

Анализ изменений показывает, что для стандартной технологии при отпуске 50°С в течение 155 min не происходит падения уровня микротвердости на образцах при всех степенях деформации. Небольшой рост микротвердости может быть связан с начальной стадией процесса старения, во время которого происходит перераспределение атомов растворенного вещества в решетке твердого раствора с образованием атмосфер на дислокациях. В то же время мы наблюдали резкое падение микротвердости образцов после T-Д-прокатки, что свидетельствует о формировании более подвижных дислокаций. В деформированном материале частицы выделений мельче, а число их больше, чем в недеформированном. Поэтому степень деформации вносит значительный вклад в изменение свойств при последующем старении.

Повышение температуры отпуска до 100°С приводит к значительному разупрочнению образцов ($\varepsilon = 2.65$), так как скорость диффузии повышается и процесс старения протекает быстрее, чем при 50°С. Падение микротвердости может быть вызвано началом процесса потери когерентности мельчайших выделений с твердым раствором либо началом возврата, поскольку согласно литературным данным [6] повышение температуры до 90–120°С достаточно для развития процесса возврата в алюминиевых сплавах. Сравнение разупрочнения при 100°С показывает, что для Т-Д-прокатки оно происходит при меньших степенях деформации. В отличие от стандартной прокатки Т-Д-обработка создает аналогичную структуру на более ранних этапах деформации $(\varepsilon = 1.94)$. Это позволяет говорить о более подвижной дислокационной структуре и косвенно подтверждает возможность развития рекристаллизации *in situ* (в случае Т-Д) при меньших степенях деформации в процессе прокатки.

При повышении температуры отпуска до 150°С на всех образцах происходит значительное разупрочнение, что свидетельствует о развитии процесса перестаривания. С другой стороны, интересно отметить, что после отпуска при температуре 150°С в течение 155 min размер зерна в поперечном сечении на Т-Д-образцах растет (см. табл. 1). Кроме того, коэффициент вытянутости в Т-Д-образце увеличивается на 30%, а в стандартном – уменьшается на 36%. То есть после нагрева до 150°С в образцах после Т-Д-прокатки зерна продолжают расти и вытягиваться, а в стандартных – становятся более равноосными. Известно [6], что увеличение степени холодной деформации сокращает время и температуру статической рекристаллизации. Авторы обсуждают вопрос об избирательном росте зерен при рекристаллизации из субзерен с той же ориентировкой. Это объяснение вполне применимо к наблюдаемому нами избирательному росту зерен в образцах при Т-Д-прокатке. Кроме того, изменение размеров зерен, микротвердости, размера блоков, плотности дислокаций свидетельствует о направленной рекристаллизации. Однако разупрочнение при нагреве до 150°С в образцах после Т-Д-обработки происходит при меньших степенях деформации. Процессы протекают более интенсивно и динамично. Таким образом, при нагреве до 150°С в образцах обоих типов мы наблюдаем развитие процесса статической рекристаллизации. Отличие состоит в том, что статическая рекристаллизация при нагреве до 150°С в образцах после стандартной прокатки приводит к формированию более мелкого и более равноосного зерна по сравнению с зерном после Т-Дпрокатки, при которой наблюдается избирательная направленная статическая рекристаллизация вдоль определенных кристаллографических областей.

Кроме того, нагрев металла до указанных температур вызывает процесс искусственного старения, три стадии которого прослеживаются на всех образцах. Выбранные выдержки и температура являются достаточными для завершения установления различий в структуре материала после разных типов обработки.

Выводы

Настоящим исследованием проведен сравнительный анализ влияния схемы деформации на изменение структуры и свойств дюралюминиевого сплава Д1. Показано, что после Т-Д-прокатки структура отличается большей степенью измельчения – формируются нанофрагменты 0.3–0.5 µm. Она характеризуется более высокой степенью равномерности и менее ярко выраженной анизотропией вдоль направления оси деформации.

Уровень достигаемой твердости практически одинаков для обеих схем деформации, за исключением последнего прохода при использовании Т-Д-технологии. С достаточной степенью достоверности можно утверждать, что падение микротвердости на данном этапе связано с развитием рекристаллизации *in situ*. Благодаря динамической рекристаллизации полученная структура имеет более подвижную дислокационную структуру, что проявляется на пластических свойствах образцов. Поэтому при одинаковых температурах и близких степенях деформации в Т-Д-образцах все процессы начинаются быстрее, чем в стандартных. Колебания уровня микротвердости в результате старения после Т-Д-прокатки значительно больше соответствующих для стандартных образцов, т.е. процессы протекают более интенсивно и динамично.

Особая структура, сформированная в результате Т-Д-прокатки, проявляется также при низкотемпературных нагревах. Образцы, деформированные по Т-Д-технологии, имеют большее разупрочнение после нагрева при 100°С по сравнению с образцами, деформированными по стандартной технологии. Кроме того, максимальные значения микротвердости достигаются при меньших степенях деформации. Повышение температуры отпуска до 150°С вызывает более значительное разупрочнение сплава, деформированного по Т-Д-режиму. Следовательно, и при нагреве материал не теряет преимущества по запасу пластичности.

- 1. Р.А. Андриевский, А.М. Глезер, ФММ 88, № 1, 50 (1999).
- 2. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
- 3. *А.А. Толпа, А.И. Максаков, А.А. Рыжиков, В.В. Пашинский*, Металл и литье Украины № 7–8, 59 (2001).
- 4. А.А. Толпа, В.А. Шеремет, А.И. Максаков, А.А. Рыжиков, Е.Г. Пашинская, Металл и литье Украины № 12, 36 (2002).
- 5. *Конструкционные* материалы. Справочник, Б.Н. Арзамасов (ред.), Машиностроение, Москва (1991).
- 6. Алюминий, Металлургия, Москва (1972).
- 7. В.С. Коваленко, Металлографические реактивы. Справочное издание, Металлургия, Москва (1981).
- 8. *Я.Е. Уманский*, Рентгенография металлов и полупроводников, Металлургия, Москва (1969).
- 9. С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Е.Н. Расторгуев, Рентгенографический и электронно-оптический анализ, МИСИС, Москва (1994).

E.G. Pashinskaya, I.V. Marchuk, A.A. Tolpa, A.I. Maksakov

A COMPARATIVE ANALYSIS OF CHANGES IN STRUCTURE AND PROPERTIES OF ALUMINIUM ALLOY AFTER ROLLING BY STANDARD AND T-D TECHNOLOGIES

A comparative analysis has been performed of the influence of standard deformation scheme and experimental combined technology (T-D) developed at NPO «Doniks» on changes in structure and properties of duralumin alloy D1. It is shown that the structure formed

after experimental rolling is typical of a higher grain refinement (nanofragments $0.3-0.5 \mu m$ in size), a higher uniformity and a less expressed anisotropy of properties and structure along deformation-axis direction. Peculiarities of the resulted structure are preserved under subsequent heating as well.

Fig. 1. Microstructure of as-quenched D1 (cross-section, ×1000, division spacing 10 µm)

Fig. 2. Dependence of microhardness H_{μ} on deformation degree ε in cross- (\blacksquare – standard, • – T-D rolling) and longitudinal (\blacktriangle – standard, \blacktriangledown – T-D rolling) sections

Fig. 3. Microstructure of duralumin (longitudinal section) depending on deformation degree for standard (*a*) and T-D rolling (δ) (one division stands for 10 µm)

Fig. 4. Changes in line (222) intensity *I* in longitudinal direction after standard (\bullet) and T-D (\Box) rolling

Fig. 5. Changes in microhardness H_{μ} of deformed duralumin at a 50°C tempering as a function of time: \Box – standard (ε = 2.65), \bullet – T-D rolling (ε = 2.41)

Fig. 6. Dependence of microhardness H_{μ} on deformation degree ε for specimens deformed by standard ($\blacksquare - 50^{\circ}$ C, $\bullet - 100^{\circ}$ C) and T-D technology ($\blacktriangledown - 50^{\circ}$ C, $\blacktriangleleft - 150^{\circ}$ C) after a 155 min tempering