СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.24:548.53

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ НИКЕЛЯ ПРИ НАГРЕВЕ НИЖЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕРМОАКТИВИРУЕМОГО ЗАРОЖДЕНИЯ

© 2015 г. Ю. Г. Красноперова*, Л. М. Воронова*, М. В. Дегтярев*, Т. И. Чащухина*, Н. Н. Реснина**

*Институт физики металлов УрО РАН, 620990 Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18 **Санкт-Петербургский Государственный Университет, 199034 Санкт-Петербург, Университетская наб., 7/9 e-mail: highpress@imp.uran.ru Поступила в редакцию 20.03.2014 г.;

в окончательном варианте – 28.07.2014 г.

Изучены закономерности роста зерна при низкотемпературной рекристаллизации никеля (99.98% Ni) со структурой различного типа, сформированной в ходе деформации в наковальнях Бриджмена. Методом дифференциальной сканирующей калориметрии выявлено уменьшение запасенной энергии деформации на стадии субмикрокристаллической структуры. Проведение изотермических отжигов длительностью до 64 ч позволило показать, что низкотемпературная рекристаллизация как в смешанной, так и в СМК-структуре развивается путем роста отдельных центров, сформированных при деформации. В результате при низкотемпературной рекристаллизации однородная субмикрозернистая структура в никеле не формируется.

Ключевые слова: никель, большая пластическая деформация, субмикрокристаллическая структура, динамический возврат, рекристаллизация, калориметрия, запасенная энергия деформации.

DOI: 10.7868/S0015323015010088

ВВЕДЕНИЕ

Субмикрокристаллические (СМК) и наноструктурные материалы, полученные с помощью пластической деформации, часто проявляют высокую склонность к росту зерна при нагреве, что приводит к потере их уникальных свойств [1]. В связи с этим актуальным является выяснение причин, обусловливающих такое поведение. Одной из причин низкой термической стабильности может быть тип структуры, сформированной при деформации. В работах [2, 3] было показано, что однородная изотропная СМК-структура в железе и ОЦК-сплавах на его основе обладает наиболее высокой термической стабильностью в сравнении с другими реализуемыми в этих материалах структурными состояниями, особенно в сравнении с близкой по характерному размеру элементов структурой смешанного типа, в которой присутствуют как высоко-, так и малоугловые разориентировки. В этих материалах формирование СМК-структуры происходит в условиях непрерывного накопления деформационных дефектов, измельчения элементов структуры и роста прочностных характеристик. В ГЦК-металлах и сплавах, напротив, обнаружено снижение темпа упрочнения с увеличением деформации и выход на установившуюся стадию [4–6]. Причинами этого, по мнению разных исследователей, могут быть динамический возврат (ДВ) или динамическая рекристаллизация (ДР).

Известно, что формирование СМК-структуры приводит к снижению температуры рекристаллизации [7]. Показано [8, 9], что в материалах с низкой температурой рекристаллизации, таких как медь, деформация при комнатной температуре сопровождается ДР. В материалах с более высокой температурой рекристаллизации, например в никеле, протекание ДР при температуре, близкой к комнатной, неочевидно. Однако рядом исследователей [10] предполагается развитие ДР в никеле при комнатной температуре. Как ДВ, так и ДР приводят к дислокационной неоднородности структуры. Кроме того, при пластической деформации ГЦК-металлов, в частности никеля, происходит формирование границ как наклона, так и кручения, имеющих различную подвижность [11], что, безусловно, не может не влиять на изменение структуры при отжиге.

В ряде работ [7, 12–14] наблюдали небольшое укрупнение элементов структуры СМК-никеля после нагрева в интервале температур 100–150°С, когда возможно протекание низкотемпературной





¹ механизм этого укрупнения либо не обсуждался [4], либо высказывались диаметрально противоположные мнения, что этот процесс не связан с рекристаллизацией [13] или, напротив, является аномальным ростом зерна [14]. Следует отметить, что в указанных работах длительность нагрева составляла от 30 мин до 2 ч. Это не позволило оценить кинетику роста зерна при данных температурах. Наличие в никеле высокого содержания примесей дополнительно затрудняет анализ результатов кратковременного низкотемпературного отжига [15].

Целью настоящей работы было исследование влияния типа структуры, полученной в никеле на разных стадиях деформации, на закономерности роста зерна при низкотемпературной рекристаллизации.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы монокристаллического никеля (99.98% Ni) диаметром 5 мм и толщиной 0.3 мм деформировали сдвигом под давлением 6 ГПа в наковальнях Бриджмена при комнатной температуре (T = 300 K) с поворотом от 1/2 до 10 оборотов. Осуществляли также осадку образцов под давлением без поворота наковальни. Поверхность образцов была параллельна плоскости {111}. Расчет истинной логарифмической деформации проводили с учетом осадки, угла поворота наковальни и расстояния от центра образца по формуле [16]:

$$e = e_{\text{сдвига}} + e_{\text{осадки}} =$$
$$= \ln \left(1 + \left[\frac{\varphi^* r_i}{h_{ir}} \right]^2 \right)^{0.5} + \ln \frac{h_0}{h_{ir}}, \tag{1}$$

где φ — угол поворота подвижной наковальни; r_i — расстояние от центра образца; h_0 и h_{ir} — толщина образца до и после деформации на расстоянии r_i .

Толщину образцов после деформации измеряли по двум взаимно перпендикулярным направлениям с шагом 0.25 мм. Связанная с разбросом значений толщины образца погрешность логарифмической деформации не превышала $\Delta e = \pm 0.2$.

Для определения температуры термоактивируемого зарождения был проведен изотермический отжиг при температурах 150, 200 и 250°С продолжительностью 1 ч образцов никеля, деформированных осадкой. Оказалось, что температура образования термически активируемых зародышей рекристаллизации в исследованном никеле близка к 200°С.

Образцы, деформированные на 1/2, 2, 5, 7 и 10 оборотов наковальни (логарифмическая деформация на расстоянии 1.5 мм от центра образца составила 4.8, 6.7, 8.2, 9.1, 9.2 соответственно), нагревали при 100°С в кипящей воде, а при 150 и 200°С в печи, с выдержкой от 10 мин до 64 ч. Твердость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 0.5 Н по двум взаимно перпендикулярным диаметрам с шагом 0.25 мм на каждом образце как после деформации, так и после отжига и усредняли результаты четырех измерений на одинаковом расстоянии от центра. Исследовали две серии образцов. Каждая серия состояла из 7 образцов, деформированных с разными углами поворота наковальни. Полученную совокупность значений разбивали по интервалам логарифмической деформации $\Delta e = 0.4$ (что соответствовало удвоенной погрешности определения последней), и в каждом интервале определяли среднее значение твердости. Это обеспечило статистическую значимость полученных результатов. Затем строили зависимость в координатах "твердость-корень квадратный из логарифмической деформации". Как было показано в работах [16, 17], перегибы на этой зависимости соответствуют границам стадий структурных состояний.

Структуру исследовали методом просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии на приборах JEM 200CX и QUANTA-200 Philips. Расстояние от области исследования до центра образца определяли с точностью до 0.2 мм. Размеры рекристаллизованных зерен определяли методом случайных секущих, а размеры элементов деформационной структуры непосредственным измерением на плоскости наблюдения по результатам более 150 измерений, что обеспечивало погрешность менее 10% [18]. Статистическую обработку результатов проводили с использованием программы "STATISTICA".

Для исследования процессов выделения тепла при нагреве деформированного никеля использовали метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Образцы массой 20-40 мг нагревали в камере дифференциального сканирующего калориметра METTLER TOLEDO 822e со скоростью 50°С/мин от 25 до 550°С. При первом нагревании на калориметрических кривых регистрировали пики выделения тепла. Температуры пиков определяли методом секущих, а величину выделившейся энергии - как площадь под калориметрическим пиком. Определение температуры рекристаллизации и запасенной энергии деформации проводили с использованием программы STARe. После первого нагрева образец охлаждали до комнатной температуры и проводили повторный нагрев в том же диапазоне температур для того, что-

¹ Низкотемпературной называется рекристаллизация, не требующая процесса зарождения и заключающаяся в совершенствовании и росте микрокристаллитов, образованных при деформации, и поэтому протекающая ниже температуры термоактивируемого зарождения [4].

бы убедиться, что процесс выделения тепла был необратимым. При повторном нагреве никаких пиков выделения тепла обнаружено не было. Погрешность при калориметрических измерениях не превышала 2.5%. При проведении калориметрических исследований логарифмическую деформацию определяли как среднюю по образцу. Для этого площадь образца делили на ряд концентрических колец с шагом 0.5 мм, по результатам измерения толщины образца на соответствующих расстояниях от его центра определяли объем материала и среднюю логарифмическую деформацию в выделенных кольцевых областях и рассчитывали среднюю деформацию по образцу с учетом доли объема каждой области.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведена зависимость твердости деформированного никеля от корня квадратного из логарифмической деформации. Перегибы на этой зависимости, согласно работе [16], соответствуют границам различных стадий структурных состояний материала. На рис. 1 выделены 3 стадии, характеризующиеся разным углом наклона аппроксимирующих прямых: на 1-й стадии (*e* < 1.2) твердость никеля возрастает от 1.4 ГПа в исходном состоянии до 2.5 ГПа. Тангенс угла наклона, соответствующий коэффициенту увеличения твердости, составляет $k_1 = 1.00$ ГПа. На 2-ой стадии (1.2 < < e < 5.3) твердость возрастает до 3.3 ГПа с $k_2 =$ = 0.12 ГПа. На 3-й стадии (*e* > 5.3) наблюдается увеличение твердости от 3.3 до 3.5 ГПа, что не выходит за пределы погрешности ее определения, а коэффициент увеличения твердости резко снижается до $k_3 = 0.06 \Gamma \Pi a$. Близкие значения k_3 были получены для никеля ранее в работе [5].

Согласно электронно-микроскопическим исследованиям, каждому из выделенных интервалов логарифмической деформации соответ-



Рис. 1. Стадийное изменение твердости монокристаллического никеля при деформации.

ствует определенный тип структуры: ячеистая при *e* < 1.2 (1), смешанного типа в интервале 1.2 < < e < 5.3 (2) и СМК, когда e > 5.3 (3). На рис. 2 приведено электронно-микроскопическое изображение структуры смешанного типа (рис. 2а, 2б) и СМК (рис. 2в, 2г). Следует отметить, что приведена смешанная структура после деформации с e = 5.0, близкой к границе перехода на стадию СМК-структуры. В структуре обоих типов присутствуют микрокристаллиты с высокоугловыми разориентировками, но в смешанной структуре еще сохраняются слаборазориентированные элементы, что подтверждается азимутальным размытием некоторых рефлексов на электронограмме (рис. 2a, 2б), а в СМК-структуре – внутри некоторых микрокристаллитов наблюдается дислокационная субструктура (отмечена стрелками на рис. 2в, 2г). Параметры распределения элементов структуры по размерам приведены в табл. 1. Видно, что при переходе от структуры смешанного типа к СМК структуре и на всем протяжении стадии последней параметры распределения очень близки: средний размер зерна $d_{\rm cp} = 0.13 \pm 0.01$ мкм, вероятный раз-

Материал			Никель	Железо				
е	4.8	5.6	9.2	9.6	9.9	5.5	7.7	8.4
<i>d</i> _{вер} , мкм	0.07	0.08	0.08	0.07	0.08	0.10	0.07	0.04
<i>d</i> _{ср} , мкм	0.15	0.14	0.13	0.12	0.13	0.19	0.15	0.07
d_{\max} , мкм	0.6	0.6	0.5	0.4	0.4	0.7	0.7	0.3
Коэффициент вариации, k _{вар}	0.6	0.6	0.6	0.5	0.5	0.7	0.7	0.7
Доля микрокристаллитов размером <i>d</i> ≥ 1.5 <i>d</i> _{ср}	0.24	0.19	0.16	0.14	0.10	0.23	0.20	0.16

Таблица 1. Параметры распределения элементов по размерам на стадиях смешанной и СМК-структуры



Рис. 2. Микроструктура никеля после деформации: а, б – структура смешанного типа (e = 4.6), в, г – СМК-структура (e = 9.1).

мер $d_{\text{вер}} = 0.08$ мкм, максимальный размер $d_{\text{max}} = 0.5 \pm 0.1$ мкм, коэффициент вариации линейных размеров $k = 0.6 \pm 0.1$. Вместе с тем на стадии СМК структуры непрерывно уменьшается доля микрокристаллитов, имеющих размеры более $1.5d_{\text{ср}}$ (табл. 1). Аналогичную тенденцию наблюдали ранее при деформации железа, происходящей в условиях наклепа [2]: при непрерывном измельчении всех элементов структуры, доля микрокристаллитов размером более $1.5d_{\text{ср}}$ также непрерывно уменьшается (табл. 1).

Многие исследователи придерживаются мнения, что деформация в наковальнях Бриджмена приводит в никеле к формированию стационарной (диссипативной) СМК-структуры, т.е. структуры, размеры элементов которой измельчаются до некоторого предела и при дальнейшей деформации остаются неизменными [19].

Высказано также мнение, что причиной этого служит динамический возврат [5] или динамическая рекристаллизация [10]. Очевидно, что развитие как ДВ, так и ДР должно сопровождаться уменьшением скорости деформационного упрочнения и снижением скорости накопления запасенной энергии деформации [6, 20]. Запасенную энергию деформации и температуру рекристаллизации определили калориметрическим методом. При калориметрических исследованиях приходится учитывать то обстоятельство, что при деформации в наковальнях Бриджмена наблюдается закономерное изменение логарифмической деформации и структуры деформированного материала по радиусу образца.

Центральные части образцов испытывают значительно меньшую деформацию. В результате в центре образца и на периферии может сформироваться структура различного типа [21]. Например, в центральной части образца никеля, деформированного на 2 оборота наковальни, сформирована структура смешанного типа, а далее по направлению к периферии – СМК-структура. Расчеты показали, что объем материала, занятый структурой смешанного типа, составляет не более 5% от общего объема образца. Поэтому можно считать влияние структуры смешанного типа на результаты калориметрических исследований образцов, деформированных на 2 и более оборотов наковальни пренебрежимо малым.

Результаты калориметрических исследований приведены на рис. 3.



Рис. 3. Зависимость температуры рекристаллизации от логарифмической деформации по результатам ДСК: температура, соответствующая началу $(T_{\rm H})$, максимуму $(T_{\rm II})$, концу $(T_{\rm K})$ пика тепловыделения.

Видно, что с увеличением степени деформации на стадиях ячеистой и смешанной структуры происходит значительное снижение температуры рекристаллизации, тогда как на стадии СМК-структуры температура рекристаллизации не изменяется. Интервал рекристаллизации, характеризующийся разностью температур окончания и начала тепловыделения, на стадии ячеистой структуры составляет 80°С, на стадии смешанной структуры уменьшается до 30° С и остается таким же на протяжении всей стадии СМК-структуры. Следует учесть, что при калориметрии нагрев происходил непрерывно со скоростью 50°С/мин, а образование центров рекристаллизации требует инкубационного периода, что и обусловливает кажущееся повышение температуры начала рекристаллизации выше 200°С - значения, определенного при изотермическом нагреве.

На рис. 4 приведено изменение энергии, запасенной при деформации. На стадиях ячеистой и смешанной структуры с увеличением логарифмической деформации происходит накопление деформационных дефектов, поэтому возрастает величина запасенной энергии, на стадии СМК-структуры ее значение проходит через максимум. С увеличением деформации e > 7.4 наблюдается спад запасенной энергии, что наряду с неизменностью параметров структуры может свидетельствовать о действии ДВ или ДР.

Таким образом, на стадии СМК-структуры при практически неизменных размерных параметрах наблюдается изменение запасенной энергии деформации. Оценить значимость этого изменения можно, применяя метод рекристаллизации [21], поскольку размер рекристаллизованного зерна зависит от плотности дефектов, внесенных при предварительной деформации [20, 22].



Рис. 4. Зависимость запасенной энергии деформации от логарифмической деформации.

На рис. 5 приведены электронно-микроскопические изображения, показывающие эволюцию СМК и смешанной структуры никеля при отжиге. В работе [13] показано, что отжиг СМК-структуры никеля (близкого по содержанию примесей к исследованному в настоящей работе) при температуре, не превышающей 140°С, в течение 1 ч не приводит к рекристаллизации.

Исследования эволюции СМК-структуры железа и аустенитной стали при отжиге показали [2, 23], что для развития низкотемпературной рекристаллизации необходимы длительные, более 50 ч, изотермические нагревы. Поэтому в настоящей работе длительность нагрева составляла от 1 до 64 ч. Отжиг СМК-структуры никеля при 100 и 150°С в течение 32 ч и более привел к появлению отдельных зерен, размер которых значительно превышает размеры окружающих микрокристаллитов (1.0-1.5 мкм и 0.3 мкм соответственно). Характер кривизны границ этих зерен свидетельствует об их росте (рис. 5а, б). Следует отметить, что при отжиге размеры микрокристаллитов не остались неизменными: примерно в 2 раза увеличился не только средний, но и наиболее вероятный размер (табл. 2).

Аналогичная картина наблюдалась после такого же отжига структуры смешанного типа. Характер субструктуры позволяет предположить, что крупные зерна могли сформироваться по механизму коалесценции (рис. 5в). Доля площади, занятой крупными зернами, после отжига при 150°C в течение 64 ч не превышает 10%.

Рекристаллизация СМК-структуры при 200°С развивается быстро. После выдержки 10 мин нерекристаллизованной структуры не остается: наблюдаются крупные зерна размером около 5 мкм, на границах которых видны равноосные зерна субмикронного размера и зародыши рекристал-



Рис. 5. Микроструктура никеля после деформации и отжига: a, 6 - e = 8.2 +отжиг 150°С, 32 ч; B - e = 4.8 +отжиг 150°С, 64 ч; $\Gamma - e = 6.7 +$ отжиг 200°С, 10 мин.

лизации (рис. 5г). Такая разнозернистость может свидетельствовать как о различной подвижности высокоугловых границ, так и о разном времени зарождения зерен. Возможно, крупные зерна выросли из микрокристаллитов - готовых зародышей рекристаллизации, образованных в ходе деформации, а зерна субмикронного размера и зародыши рекристаллизации образовались путем термоактивируемого зарождения. Рекристаллизация смешанной структуры практически завершается за 4 ч. Разнозернистость рекристаллизованной структуры никеля сохраняется при более длительных выдержках. Так, после деформации с e = 6.7 и отжига при 200°С, 16 ч средний размер зерна составляет 5 мкм, а наибольший – 36 мкм (рис. 6). Коэффициент вариации линейных размеров зерен $k_{\text{вар}} = 1$, что говорит о размерной неоднородности структуры и свидетельствует о ее склонности к вторичной рекристаллизации [24].

Кинетические зависимости среднего размера зерна от времени отжига при 200°С смешанной и СМК структуры никеля приведены на рис. 7.

На каждой зависимости можно выделить две стадии. Для смешанной структуры — это стадии быстрого и более медленного роста размера зерна (кривая 1), а для СМК-структуры — стадия роста и стадия, на которой изменение размера зерна не происходит (кривые 2) либо он уменьшается (кривая 3). В работах [2, 23] на кинетических зависимостях роста зерна в ходе низкотемпературной рекристаллизации СМК-структуры железа и сталей наблюдали перегиб, который, согласно электронно-микроскопическим исследованиям, соответствовал завершению стадии первичной рекристаллизации и началу собирательной. При-

Таблица 2. Параметры распределения элементов по размерам после отжига в течение 64 ч смешанной и СМК-структуры

t, °C		100		150			
е	4.8	6.7	9.2	4.8	6.7	9.2	
<i>d</i> _{вер} , мкм	0.20	0.13	0.14	0.20	0.18	0.17	
<i>d</i> _{ср} , мкм	0.25	0.19	0.20	0.34	0.27	0.27	
<i>d</i> _{max} , мкм	0.7	0.6	0.5	1.5	1.4	1.2	
Коэффициент вариации, k _{вар}	0.5	0.5	0.5	0.6	0.5	0.6	





Рис. 6. Микроструктура никеля (а) и гистограмма распределения по размерам элементов структуры (б) после деформации с e = 6.7 и отжига при 200°С, 16 ч.

веденные на рис.7 кинетические зависимости размера зерна никеля от времени отжига при 200°С для СМК-структуры (кривые 2 и 3) демонстрируют перегибы после выдержки в течение 1 ч, которая превышает время исчезновения деформационной СМК-структуры, определенное по результатам электронно-микроскопических исследований. При дальнейшем увеличении продолжительности отжига СМК-структуры средний размер рекристаллизованного зерна остается практически неизменным (после e = 6.7) или даже уменьшается (после e = 9.1). Он также коррелирует с величиной запасенной энергии деформации и уменьшается с увеличением логарифмической деформации. По-видимому, отсутствие увеличения среднего размера зерна на этой стадии отжига связано с термоактивируемым образованием новых мелких зерен. Отжиг смешанной структуры приводит к формированию более крупного зерна, рост которого продолжается и на стадии собирательной рекристаллизации.

Таким образом, в никеле низкотемпературная рекристаллизация СМК-структуры развивается неоднородно по всему объема материала, и не удается получить однородную по размеру субмикро-



Рис. 7. Кинетические зависимости среднего размера зерна от времени выдержки после отжига при 200°C никеля со структурой различного типа: 1 -смешанная структура, e = 4.6; 2, 3 - СМК-структура e = 6.7; e = 9.1 соответственно.

зернистую рекристаллизованную структуру. Кинетика первичной рекристаллизации СМК-структуры никеля не подчиняется закону нормального роста зерна, как это наблюдалось для СМК-структуры железа [2, 3].

выводы

Применение анализа стадийного развития структуры при деформации никеля в наковальнях Бриджмена позволило выделить следующие основные результаты:

1. Запасенная энергия деформации возрастает с увеличением степени деформации на стадиях ячеистой и смешанной структуры. Деформация на стадии СМК-структуры приводит к снижению и дальнейшей стабилизации запасенной энергии деформации;

2. По данным калориметрического исследования, температура рекристаллизации никеля снижается с повышением логарифмической деформации при переходе от ячеистой структуры к структуре смешанного типа и затем к СМК-структуре, и остается постоянной на стадии СМК-структуры;

3. Величина запасенной энергии деформации на стадии СМК-структуры не влияет на температурный интервал низкотемпературной рекристаллизации никеля;

4. Низкотемпературная рекристаллизация никеля со смешанной и СМК-структурой развивается одинаково, через рост отдельных центров и требует чрезвычайно длительных изотермических выдержек. Тем не менее размер зерна никеля, рекристаллизованного при температуре начала термоактивируемого зарождения 200°С, уменьшается при переходе от структуры смешанного типа к

СМК и с увеличением степени деформации на стадии СМК-структуры.

Работа выполнена по теме ИФМ УрО РАН "Кристалл" и при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ № 13-03-00641-а. Электронно-микроскопическое исследование выполнено в ЦКП "Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов" ИФМ УрО РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Носкова Н.И., Мулюков Р.Р.* Субмикрокристаллические и нанокристаллические металлы и сплавы. Екатеринбург: УрО РАН, 2003. 279 с.
- 2. Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Губернаторов В.В., Чащухина Т.И. О термической стабильности микрокристаллической структуры в однофазных металлических материалах // ДАН. 2002. Т. 386. № 2. С. 180–183.
- Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чащухина Т.И. Рекристаллизация ультрадисперсной структуры чистого железа, сформированной на разных стадиях деформационного наклепа // ФММ. 2007. Т. 104. № 3. С. 275–286.
- Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Давыдова Л.С., Сазонова В.А. Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пластических деформациях // ФММ. 1986. Т. 61. № 6. С. 1170–1177.
- Пилюгин В.П., Гапонцева Т.М., Чащухина Т.И., Воронова Л.М., Щинова Л.И., Дегтярев М.В. Эволюция структуры и твердости никеля при холодной и низкотемпературной деформации под давлением // ФММ. 2008. Т. 105. № 4. С. 438–448.
- Belyakov A., Tsuzaki K., Miura H., Sakai T. Effect of initial microstructures on grain refinement in astainless steel by large strain deformation // Acta Mater. 2003. V. 51. P. 847–861.
- Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Дегтярев М.В. Особенности низкотемпературной рекристаллизации никеля и меди // ФММ. 1986. Т. 62. Вып. 3. С. 566–570.
- Быков В.М., Лихачев В.А., Никонов Ю.А., Сербина Л.Л., Шибалова Л.И. Фрагментирование и динамическая рекристаллизация меди при больших и очень больших пластических деформациях // ФММ. 1978. Т. 45. Вып. 1. С. 163–169.
- Чащухина Т.И., Дегтярев М.В., Романова М.Ю., Воронова Л.М. Динамическая рекристаллизация в меди, деформированной сдвигом под давлением // ФММ. 2004. Т. 98. № 6. С. 98–107.
- 10. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В., Корзникова Е.А. Эволюция микроструктуры нике-

ля при деформации кручением под давлением // Физ. мезомех. 2012. Т. 15. № 5. С. 59–68.

- 11. Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. 1. Дефекты решетки. М.: Металлургия, 1982. 280 с.
- Корзников А.В., Корзникова Г.Ф., Мышляев М.М., Валиев Р.З., Салимоненко Д., Димитров О. Эволюция структуры нанокристаллического Ni при нагреве // ФММ. 1997. Т. 84. № 4. С.133–139.
- 13. *Zhang H.W., Huang X., Pippan R., Hansen N.* Thermal behavior of Ni (99.967% and 99.5% purity) deformed to an ultra-high strain by high pressure torsion // Acta Mater. 2010. V. 58. 1698–1707.
- Назарова А.А., Мулюков Р.Р., Рубаник В.В., Царенко Ю.В., Назаров А.А. Влияние ультразвуковых колебаний на структуру и свойства ультрамелкозернистого никеля // ФММ. 2010. Т. 110. № 6. С. 600–607.
- Попов В.В., Попова Е.Н., Кузнецов Д.Д., Столбовский А.В., Пилюгин В.П. Термическая стабильность структуры никеля, полученной кручением под высоким давлением в жидком азоте // ФММ. 2014. Т. 115. № 7. С. 727–736.
- Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Patselov A.M., Pilyugin V.P. Influence of the relaxation processes on the structure formation in pure metals and alloys under high-pressure deformation // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 6039–6050.
- 17. *Трефилов В.И., Моисеев В.Ф., Печковский Э.П., Горная И.Д., Васильев А.Д.*. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов. Киев: Наукова думка, 1987. 248 с.
- 18. Салтыков Н.А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970. 375 с.
- *Zhilyaev A.P., Nurislamova G.V., Valiev R.Z., Lee S., Langdon T.G* Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion // J. Scripta Mater. 2001. V. 44. № 12. P. 2753–2758.
- 20. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. 568 с.
- Деетярев М.В., Воронова Л.М., Чащухина Т.И. Рост зерна при отжиге армко-железа с ультрадисперсной структурой различного типа, созданной деформацией сдвигом под давлением // ФММ. 2005. Т. 99. № 3. С. 58–68.
- Дегтярев М.В., Чащухина Т.И., Воронова Л.М. Давыдова Л.С., Пилюгин В.П. Деформационное упрочнение и структура конструкционной стали при сдвиге под давлением // ФММ. 2000. Т. 90. № 6. С. 83–90.
- Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чащухина Т.И. Термическая стабильность субмикрокристаллической структуры в стали 4X14H14B2M // ФММ. 2010. Т. 109. № 2. С. 146–153.
- 24. *Новиков В.Ю.* Вторичная рекристаллизация. М.: Металлургия, 1990. 128 с.