

Особенности упрочнения структурированного интенсивной пластической деформацией сплава Al–Cu–Zr

© Т.С. Орлова¹, Д.И. Садыков², М.Ю. Мурашкин^{3,4}, В.У. Казыханов³, Н.А. Еникеев^{3,4}

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет
информационных технологий, механики и оптики,
Санкт-Петербург, Россия

³ Уфимский государственный авиационный технический университет
Институт физики перспективных материалов,
Уфа, Россия

⁴ Санкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: orlova.t@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 5 мая 2021 г.

В окончательной редакции 5 мая 2021 г.

Принята к публикации 7 мая 2021 г.

Исследовано влияние малых добавок меди на микроструктуру и физико-механические свойства ультрамелкозернистого сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt.%), структурированного интенсивной пластической деформацией кручением после предварительного отжига при температуре 375°C в течение 140 h. В результате обработки достигнуты высокие значения прочностных характеристик (условный предел текучести 430 МПа, предел прочности 574 МПа) при приемлемом уровне электропроводности (46.1% IACS) и пластичности (относительное удлинение до разрушения ~ 5%). С учетом микроструктурных параметров, определенных методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии, проведен анализ действующих механизмов упрочнения, обеспечивающих такую высокую прочность. Показано, что ключевую роль в упрочнении играет Cu. Добавка меди способствует значительному измельчению зерна и, как следствие, увеличивает зернограничное упрочнение. Кроме того, легирование медью приводит к значительному дополнительному упрочнению (~ 130 МПа) в ультрамелкозернистом сплаве, нетипичному для крупнозернистого состояния. Наиболее вероятными причинами такого упрочнения могут быть сегрегация Cu на границах зерен и формирование нанокластеров Cu.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, интенсивная пластическая деформация, микроструктура, механизмы упрочнения, электропроводность.

DOI: 10.21883/FTT.2021.10.51408.104

1. Введение

Проводниковые сплавы на основе алюминия широко применяются в различных отраслях промышленности в силу хорошего сочетания таких физико-технических характеристик как высокая электропроводность, коррозионная стойкость, легкость и нетоксичность в различных соединениях с другими металлами. Однако, несмотря на широкую распространенность алюминиевых сплавов, для современных применений в электротехнической промышленности требуются материалы, обладающие не только высокой электропроводностью, но также и высокой прочностью, в том числе и при повышенных температурах. Алюминиевые сплавы, легированные 0.1–0.4 wt.% Zr, показали хорошие результаты в обеспечении термостабильности прочностных характеристик и электропроводности [1,2]. Повышение термостабильности сплавов Al–Zr достигалось, в первую очередь, путем их длительных отжигов при температурах 300–450°C, приводящих к образованию наноразмерных частиц мета-

стабильной фазы Al₃Zr (L1₂) [3–5]. Происходящее при этом очищение решетки алюминия от атомов легирующих элементов приводило к значительному повышению электропроводности. Однако эти сплавы сильно уступают в прочности как медным проводникам, так и широко используемым в электротехнике сплавам системы Al–Mg–Si [6]. Одним из наиболее эффективных способов повышения прочностных характеристик многих металлов и сплавов является структурирование их интенсивной пластической деформацией (ИПД). В первую очередь, упрочнение после ИПД связано с измельчением зерна, увеличением плотности дефектов кристаллической решетки, изменением распределения границ зерен (ГЗ) по разориентировкам, формированием дисперсных частиц вторичных фаз [7–10]. Однако степень увеличения прочности после обработки ИПД может заметно отличаться как у различных сплавов, так и для одного и того же сплава в зависимости от его исходного состояния (до обработки ИПД). Исследование

влияния интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) на сплав Al–0.4Zr (wt.%) в различных исходных состояниях [11–13] показало незначительный рост его прочностных характеристик, в то время как выполненная в аналогичном режиме деформация сплава Al–0.53Mg–0.27Zr (wt.%) [14] привела к колоссальному увеличению прочности: к изменению предела текучести и предела прочности соответственно в 3.4 и 3.0 раза. Показано, что малая добавка Mg (0.53 wt.% или соответственно 0.6 at.%) способствует сильному измельчению зерна и, следовательно, значительно увеличивает зернограницное упрочнение. Кроме того, для ультрамелкозернистого (УМЗ) сплава Al–0.53Mg–0.27Zr было выявлено действие дополнительных, нетипичных для крупнозернистого состояния механизмов упрочнения [14].

Известно, что легирование медью даже в небольших количествах также способствует измельчению зеренной структуры [15–18] и значительному повышению прочности [15] алюминиевых сплавов Al–Cu в результате воздействия ИПД. Влияние ИПДК на микроструктуру сплавов Al–Cu изучалось в ряде работ [15–20]. В работе [18] было показано, что обработка ИПДК даже при комнатной температуре сплава с 0.83 at.% Cu, находящейся исходно в твердом растворе, приводит к формированию преимущественно стабильных частиц θ -фазы (Al₂Cu) на границах зерен. На ГЗ также были выявлены сегрегации с концентрацией атомов Cu, в несколько раз превышающей таковую в объеме зерен. Однако изучению влияния таких сегрегаций на упрочнение сплавов Al–Cu не уделялось достаточного внимания. Выделение частиц θ -фазы на границах зерен и в тройных стыках наблюдалось также в сплавах Al–2Cu (wt.%) [17] и Al–5Cu (wt.%) [19] после обработки ИПД. Растворение предварительно выделенной θ' -фазы с последующим формированием частиц θ -фазы преимущественно на ГЗ наблюдалось для сплавов Al–Cu в результате ИПД [20,21].

В настоящей работе впервые исследовалось влияние ИПДК при комнатной температуре на микроструктуру, механические свойства и электропроводность предварительно отожженного (состаренного) при температуре 375°C в течение 140 h сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt.%, 1.47 wt.% Cu соответствует 0.63 at.% Cu). Полученные характеристики сравниваются с аналогичными характеристиками, полученными для сплава Al–0.4Zr (wt.%) без добавки Cu и сплава Al–0.53Mg–0.27Zr (wt.%) с близкой по величине атомной концентрацией Mg (0.6 at.%), также прошедших подобную обработку: старение и ИПДК-структурирование. Было показано, что структурирование сплава методом ИПДК приводит к колоссальному росту прочностных характеристик (микротвердости, предела текучести и предела прочности) при сохранении приемлемого уровня пластичности и электропроводности. В сплаве с УМЗ-структурой, полученной в результате обработки ИПДК, выявлено действие дополнительных, нетипичных для крупнозер-

нистого состояния механизмов упрочнения, связанных с легированием медью.

2. Образцы и экспериментальные методики

В работе исследовался сплав Al–1.47Cu–0.34Zr (wt.%), полный химический состав которого представлен в табл. 1. Первоначально сплав был получен в виде прутков диаметром 22 mm методом литья и последующей холодной прокатки, после которой диаметр прутков составил 14.5 mm. Данное состояние сплава, здесь и далее обозначено как Al–Cu–Zr_Initial.

Далее для формирования равновесной структуры был проведен длительный отжиг сплава при температуре 375°C в течение 140 h (далее старение). Данное состояние сплава здесь и далее обозначено как Al–Cu–Zr_AG. Для получения ультрамелкозернистой структуры часть материала Al–Cu–Zr_AG была обработана методом ИПДК. Обработка ИПДК проводилась на прессе Walter Klement GmbH НРТ-07 при давлении в 6 GPa и количестве оборотов $n = 10$. Для деформационной обработки были вырезаны образцы цилиндрической формы диаметром 14.5 mm и высотой 3 mm. После ИПДК образцы имели форму дисков диаметром ~ 20 mm и толщиной ~ 1 mm. Степень истинной деформации e на расстоянии 5 mm от центра диска составила ~ 6.6 [9]. Данное состояние сплава здесь и далее обозначено как Al–Cu–Zr_AG_НРТ.

Микроструктура полученных образцов исследовалась методами рентгеноструктурного анализа (РСА), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и просвечивающей растровой (сканирующей) электронной микроскопии (ПРЭМ).

Исследование структуры методом РСА осуществлялось с использованием дифрактомера Bruker D8 DISCOVER с фокусировкой по Брэггу–Брентано. Основные микроструктурные параметры: параметр решетки a , уровень микроискажений кристаллической решетки $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$, средний размер областей когерентного рассеяния D_{XRD} определялись уточнением рентгенограмм методом Ритвельда с использованием программного обеспечения MAUD [22]. Плотность дислокаций определялась по формуле [23]:

$$L_{dis} = \frac{2\sqrt{3}\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}}{D_{XRD}b}, \quad (1)$$

где b — модуль вектора Бюргерса (0.286 nm).

Исследования методом ПЭМ проводились на микроскопе JEOL JEM 2100 при ускоряющем напряжении

Таблица 1. Химический состав сплава Al–1.47Cu–0.34Zr. Содержание элементов приведено в wt.%

Al	Cu	Zr	Si	Zn	V	Остальное
98.1	1.47	0.34	0.04	0.014	0.01	~ 0.03

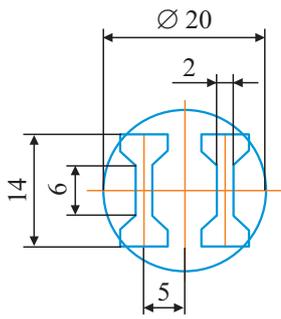


Рис. 1. Схема вырезки образцов для испытания на одноосное растяжение.

200 kV. Фольги для наблюдений в ПЭМ получали механической полировкой с последующей двухструйной электрополировкой с использованием раствора азотной кислоты (25%) в метаноле при -25°C и рабочем напряжении 25 V. Анализ микроструктуры (размер зерна, размер выделений вторичных фаз и т.д.) проводился с использованием ПО Fiji.

Исследования методом ПРЭМ осуществляли на микроскопе Zeiss Libra 200FE с ускоряющим напряжением 200 kV, оснащенный приставкой для проведения in-situ энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Темнопольные изображения в сканирующем просвечивающем микроскопе были получены с использованием широкоугольного кругового детектора темного поля (high-angle annular dark-field, HAADF). Исследования методом ЭДС были проведены с пробой размером 20 нм.

Механические свойства изучались путем проведения испытаний на одноосное растяжение и измерения микротвердости. Для проведения механических испытаний образцов, прошедших обработку ИПДК, из полученных дисков были вырезаны образцы в форме лопатки с шириной рабочей части ~ 2 мм и длиной ~ 6 мм. Схема вырезки образцов приведена на рис. 1.

Испытания на одноосное растяжение проводились на испытательной машине Shimadzu AG-50kNX с постоянной скоростью деформации $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Деформация образцов измерялась с помощью видеоэксстензометра TRViewX 55S. Для каждого состояния (Al-Cu-Zr_Initial, Al-Cu-Zr_AG, Al-Cu-Zr_AG_HPT) испытывалось не менее трех образцов. На основании полученных деформационных кривых были определены условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, предел прочности σ_{UTS} и относительное удлинение до разрушения δ .

Микротвердость H_V образцов измерялась по методу Виккерса на микротвердомере Shimadzu HVM-G21DT с величиной нагрузки 100 g, время нагрузки составляло 10 s. Для каждого образца среднее значение микротвердости определялось на базе не менее двенадцати измерений.

Электропроводность ω измерялась при комнатной температуре с использованием вихретокового измери-

теля электропроводности цветных металлов и сплавов ВЭ-27НЦ с точностью $\pm 2\%$. Для перевода полученных значений электропроводности из единиц измерения MS/m в %IACS использовалась следующая формула:

$$\%IACS = \frac{\omega_{Alloy}}{\omega_{Cu}} \cdot 100\%, \quad (2)$$

ω_{Cu} — электропроводность отожженной меди (58.0 MS/m), ω_{Alloy} — электропроводность исследуемого алюминиевого сплава (MS/m).

3. Экспериментальные результаты

3.1. Исследование микроструктуры

Типичные ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Al-Cu-Zr во всех трех состояниях представлены на рис. 2–5. В исходном состоянии (Al-Cu-Zr_Initial), полученном литьем и последующей холодной прокаткой, формировалась структура со средним размером зерна 617 nm (рис. 2, табл. 2). Подобная структура наблюдалась ранее в исходном состоянии сплава Al-0.4Zr (wt.%), полученном комбинированным методом литья и прокатки [11,12], а также в исходном состоянии сплава Al-0.53Mg-0.27Zr (wt.%), полученном литьем с последующей горячей прокаткой [14].

После длительного отжига (старения) размер зерна практически не изменился: в состоянии Al-Cu-Zr_AG он составил $D_{av}^G \approx 631$ nm. Микроструктура сплава в состоянии Al-Cu-Zr_AG характеризуется большим количеством наноразмерных преципитатов вторичной фазы (рис. 3, a-c). Эти частицы расположены как внутри зерен, так и вдоль границ зерен и принадлежат метастабильной фазе Al_3Zr ($L1_2$), что подтверждается исследованиями микродифракции (рис. 3, c). Известно [4,11,24–26], что длительный отжиг сплавов Al-Zr при температурах в диапазоне $350\text{--}450^{\circ}\text{C}$ является наиболее эффективным способом формирования наночастиц метастабильной фазы Al_3Zr ($L1_2$), которые способствуют повышению термостабильности прочностных

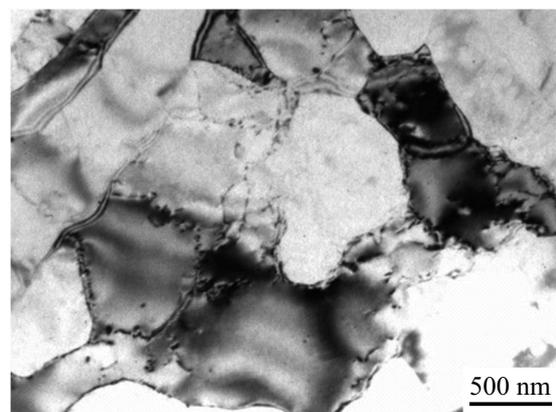


Рис. 2. ПЭМ-изображение микроструктуры сплава Al-Cu-Zr в состоянии Initial.

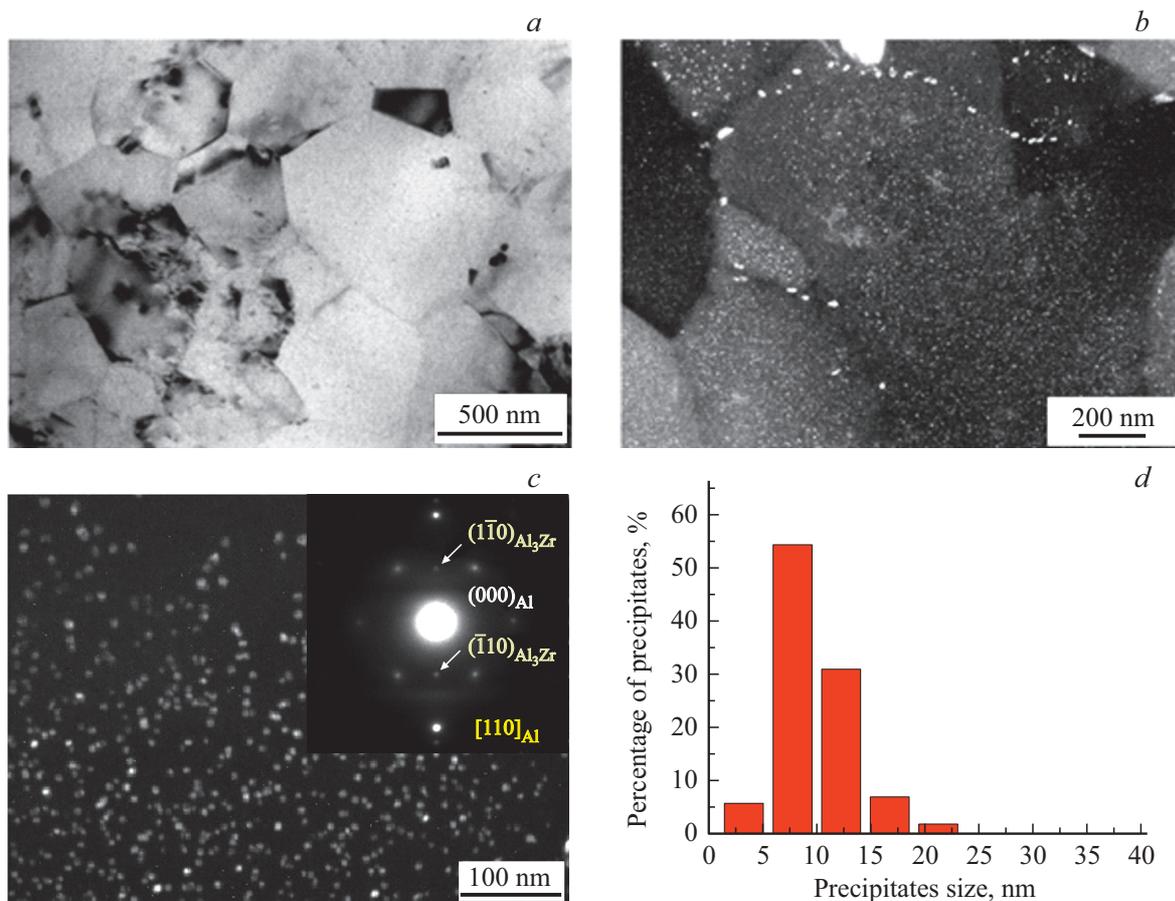


Рис. 3. ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG в светлопольном (*a*) и темнопольном (*b, c*) режимах с картиной микродифракции (ось зоны [110] Al) (*c*), а также распределение малых частиц фазы Al₃Zr по размеру (*d*).

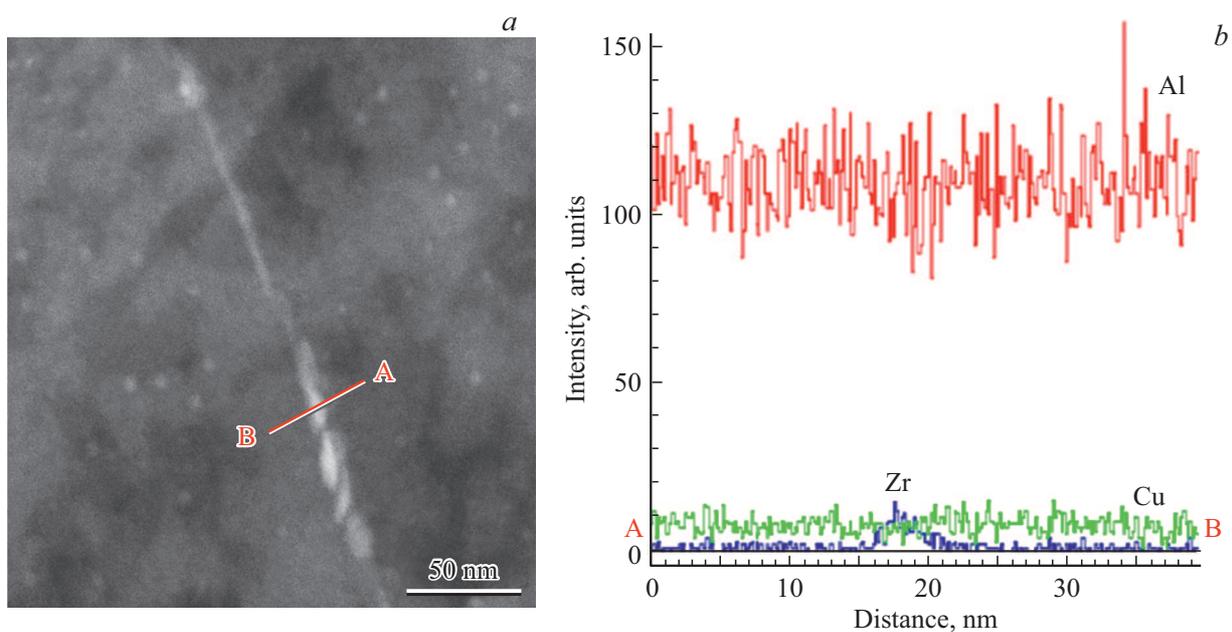


Рис. 4. ПРЭМ-изображение (*a*) и ЭДС-анализ (*b*) вдоль линии АВ, обозначенной на (*a*), для сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG.

Таблица 2. Параметры микроструктуры, полученные методами РСА и ПЭМ

Материал (состояние)	D_{av}^G , nm	a , Å	D_{XRD} , nm	$\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$, %	$L_{dis} \times 10^{13}$, m ²	Ссылка
Al–Cu–Zr (Initial)	617 ± 78	4.0503 ± 0.0001	362 ± 7	0.068 ± 0.0009	2.3	[настоящая статья]
Al–Cu–Zr (AG)	630 ± 90	4.0497 ± 0.0001	588 ± 13	0.020 ± 0.0003	0.4	
Al–Cu–Zr (AG_HPT)	285 ± 23	4.0504 ± 0.0001	205 ± 1	0.044 ± 0.002	2.6	
Al–Mg–Zr (AG_HPT)	400 ± 12	4.0527 ± 0.0001	304 ± 15	0.026 ± 0.001	1.0	[14]
Al–Zr (AG_HPT)	945 ± 17	4.0504 ± 0.0001	310 ± 10	0.006 ± 0.002	0.23	[12]

свойств при повышенной температуре. Достаточно равномерно расположенные в зернах сферические частицы со средним размером $d_{pt} \approx 9.3$ nm (рис. 3, *c*), узким распределением по размеру (рис. 3, *d*) и концентрацией $n_{pt} \approx 4 \cdot 10^{21}$ подобны таковым, наблюдаемым в Al–Zr сплавах [4,11,26]. Например, после длительного отжига при 375°C в сплаве Al–0.4Zr (wt.%) наблюдались подобные распределения дисперсных преципитатов Al₃Zr (фаза L1₂) со средним размером 13 nm и концентрацией $n_{pt} \approx 3.63 \cdot 10^{21}$ [11], а в сплаве Al–0.53Mg–0.27Zr (wt.%) наблюдались подобные частицы с $d_{pt} \approx 15$ nm [14].

По границам зерен располагаются более крупные частицы со средним размером ~ 34 nm. Принадлежность их фазе Al₃Zr была дополнительно подтверждена анализом ЭДС (рис. 4). Формирование на ГЗ более крупных частиц связано с тем, что на границах диффузионные процессы проходят более активно, так как коэффициент зернограничной диффузии значительно превышает коэффициент объемной диффузии [27].

После обработки ИПДК микроструктура сплава становится ультрамелкозернистой (рис. 5). Средний размер зерна составил 285 nm, что значительно меньше размера зерна $D_{av}^G = 945$ nm в подобном сплаве Al–0.4Zr_AG_HPT без добавления меди, и меньше по сравнению со сплавом Al–0.53Mg–0.27Zr_AG_HPT ($D_{av}^G = 400$ nm), легированным магнием в сравнимых атомных концентрациях (табл. 2). Полученные данные показывают, что легирование медью более эффективно для измельчения зерна, чем легирование Mg в сравнимых концентрациях в системах Al–(Mg/Cu)–Zr.

Количество частиц фазы Al₃Zr после обработки ИПДК значительно уменьшилось, что свидетельствует о том, что большая их часть растворилась в матрице твердого раствора под действием ИПДК, т.е. произошло деформационно-индуцированное растворение вторичных фаз. Типичные ЭДС-карты образцов в состояниях AG и AG_HPT представлены соответственно на рис. 6 и 7,

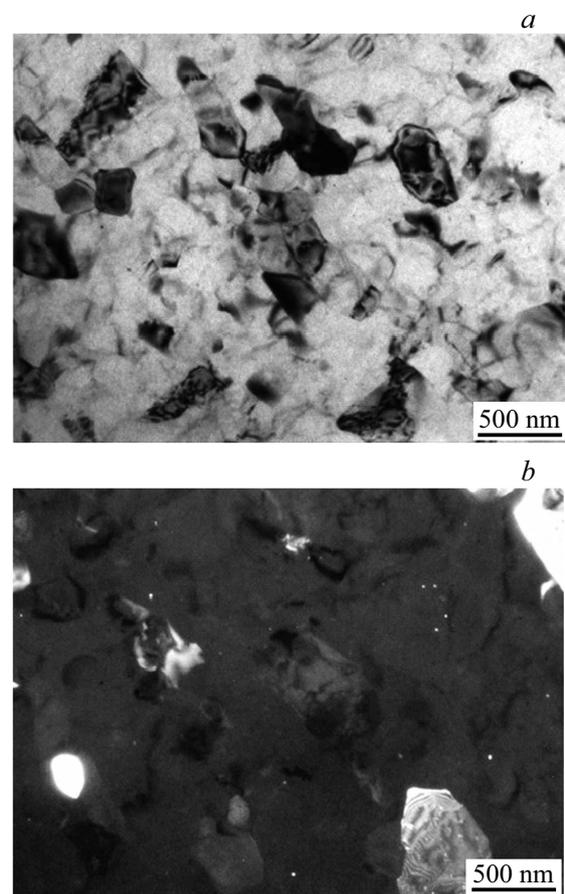


Рис. 5. ПЭМ-изображения микроструктуры сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG_HPT в светлопольном (а) и в темнопольном (б) режимах.

которые подтверждают значительное увеличение концентрации Zr в алюминиевой матрице после обработки ИПДК. Аналогичное явление наблюдалось для сплавов Al–0.4Zr [11], Al–Mg–Zr [14] в результате обработки

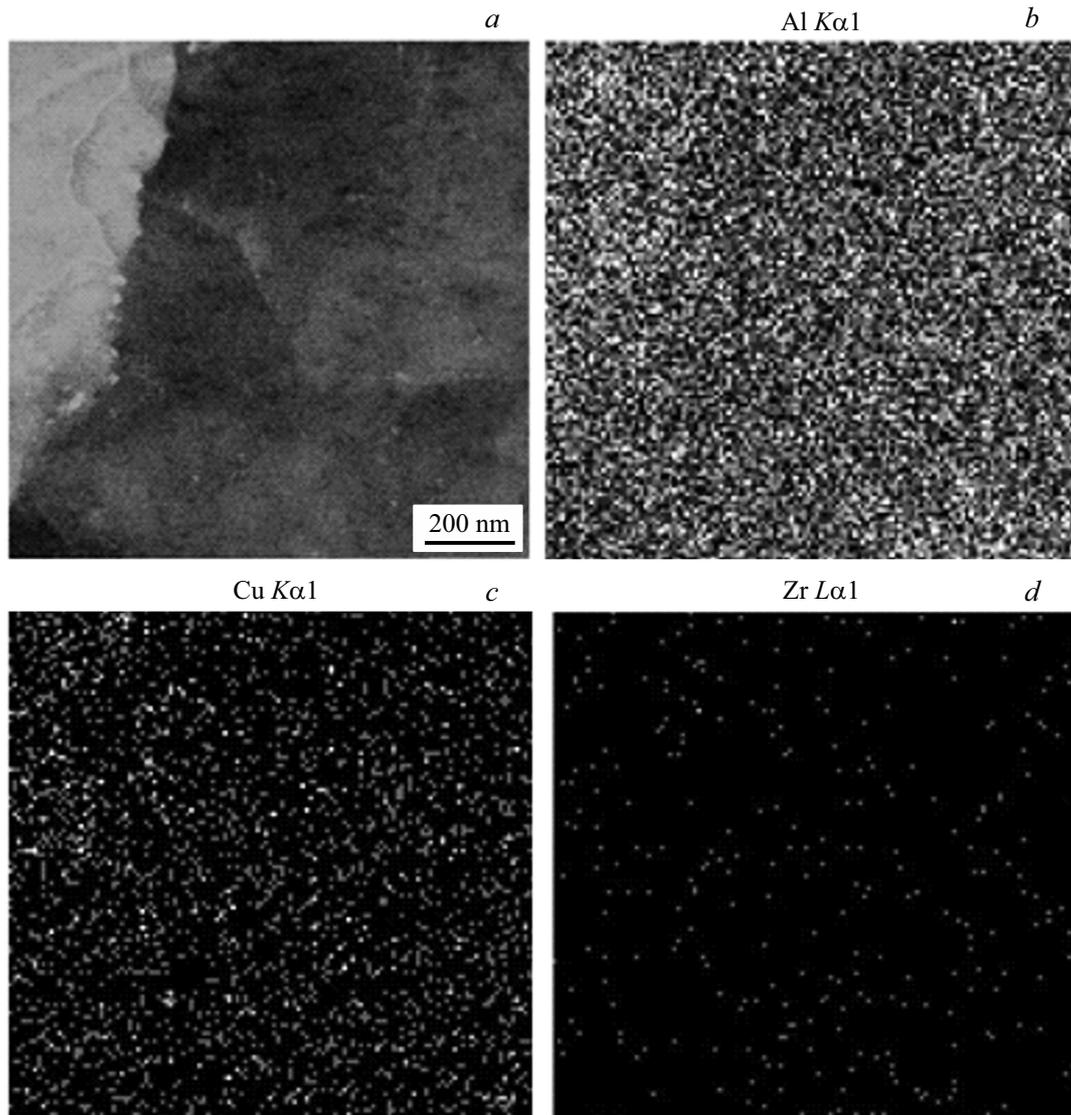


Рис. 6. ПРЭМ-изображение сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG (*a*) и соответствующие ЭДС-карты распределений Al (*b*), Cu (*c*) и Zr (*d*).

ИПДК. Воздействие ИПДК на предварительно состаренные сплавы Al–0.4Zr [11] и Al–Mg–Zr [14] приводило к частичному растворению фазы Al_3Zr ($L1_2$). В случае Al–Mg–Zr [14] увеличение концентрации Zr в матрице Al в результате ИПДК было подтверждено атомной пространственной томографией. В сплаве Al–0.4Zr частичное растворение сопровождалось увеличением размеров оставшихся частиц Al_3Zr [11]. Как видно из рис. 5, в образцах Al–Cu–Zr_AG_HPT частиц вторичной фазы Al_3Zr значительно меньше по сравнению с образцами Al–Cu–Zr_AG, располагаются они преимущественно в объеме зерен и их средний размер составил $d_{pt} \approx 17$ nm. Принадлежность таких частиц фазе Al_3Zr была подтверждена ЭДС-анализом. Кроме того, после обработки ИПДК на ГЗ наблюдались отдельные Cu-содержащие частицы с размерами 20–40 nm (рис. 8). Принадлежность этих частиц медным фазам была подтверждена ЭДС-

анализом (рис. 8, *c*). Такие частицы, по-видимому, принадлежат преимущественно θ' -фазе, поскольку, согласно [17], переход $\theta' - \theta$ происходит при достижении сферическими частицами критического размера ~ 23 nm. ЭДС-сканирование показало, что оставшиеся атомы Cu и Zr распределялись по зернам достаточно равномерно (рис. 7, *c, d*).

Данные микроструктурного анализа для состояний Al–Cu–Zr_AG и Al–Cu–Zr_AG–HPT, полученные методами ПЭМ и PCA, приведены в табл. 2. Там же для сравнения показаны микроструктурные параметры для сплавов Al–0.4Zr (wt.%) и Al–0.53Mg–0.27Zr (wt.%) в подобном состоянии.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа, для сплава Al–Cu–Zr параметр решетки a незначительно отличается во всех трех состояниях, что свидетельствует о том, что в этих состояниях концентрация Cu в твердом

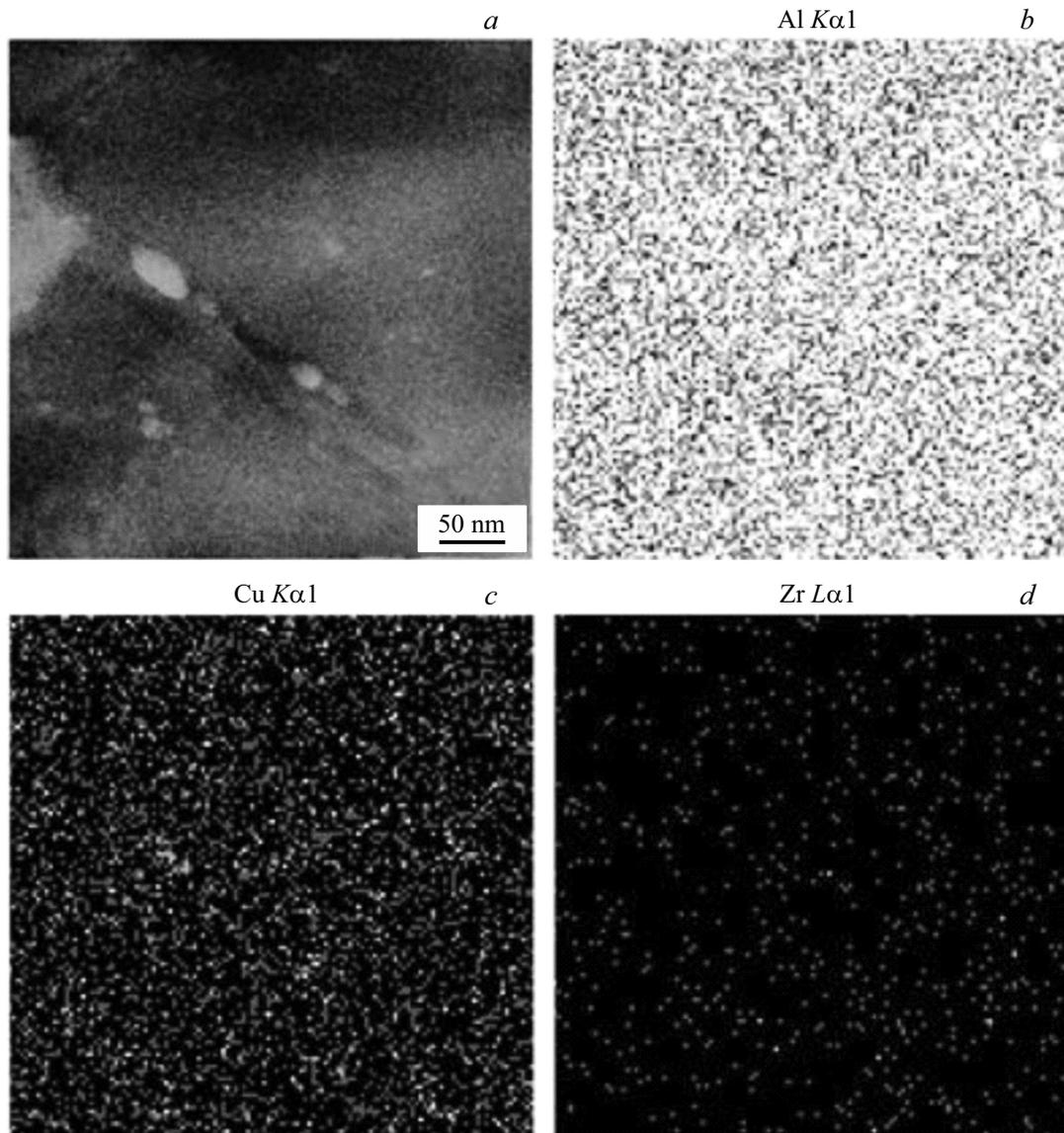


Рис. 7. ПРЭМ-изображение сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG_HPT (a) и соответствующие ЭДС-карты распределений Al (b), Cu (c) и Zr (d).

растворе значительно не различается. Известно, что наличие атомов Zr в малых концентрациях в матрице алюминия не влияет на параметр решетки [14]. Плотность дислокаций в образцах Al–Cu–Zr_AG_HPT на порядок выше плотности дислокаций в подобных образцах без добавки Cu (Al–0.4 Zr_AG_HPT) и в 2.6 раза выше, чем в образцах, легированных Mg (Al–Mg–Zr_AG_HPT).

3.2. Механические свойства и электропроводность

На рис. 9 представлены диаграммы напряжение–деформация для образцов сплава Al–Cu–Zr в состояниях Al–Cu–Zr_Initial, Al–Cu–Zr_AG и Al–Cu–Zr_AG_HPT. Значения основных механических характеристик, таких как условный предел текучести $\sigma_{0.2}$,

предел прочности σ_{UTS} и пластичность δ , определенные из анализа полученных деформационных кривых, а также значения микротвердости H_V и электропроводности ω представлены в табл. 3. В табл. 3 для сравнения аналогичных характеристик также представлены данные для сплавов Al–Mg–Zr и Al–Zr.

ИПДК-структурирование привело к значительному повышению прочности: H_V увеличилась в 2.6 раза, σ_{UTS} в 2.7 раза, $\sigma_{0.2}$ в 2.5 раза. Однако δ уменьшилась значительно: с 17% до 5%. Следует отметить, что легирование 1.47 wt.% Cu (соответствует 0.63 at.%) обеспечило большее увеличение прочности по сравнению с легированием 0.6 at.% Mg в системе Al–Cu(Mg)–Zr с приблизительно одинаковой концентрацией Zr (табл. 3), особенно это касается предела прочности: ~ 575 МПа в

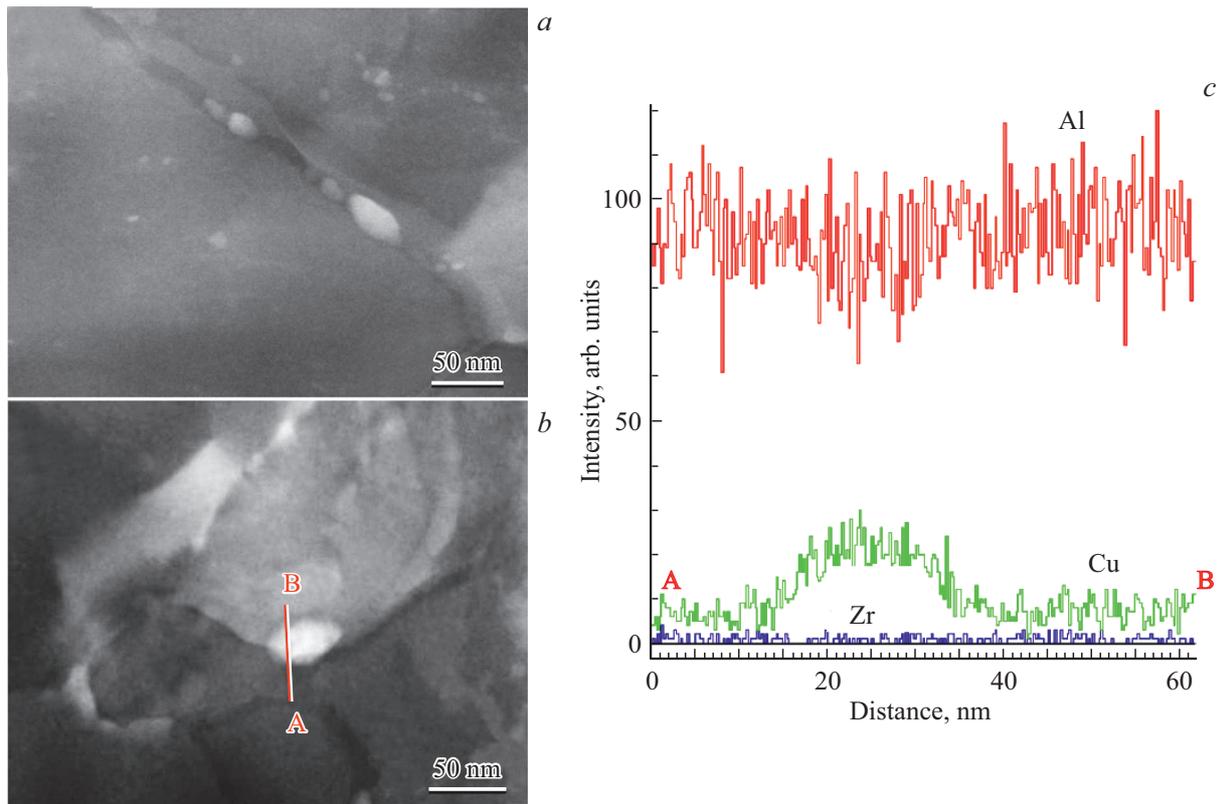


Рис. 8. ПРЭМ-изображения (*a, b*) и ЭДС-анализ (*c*) вдоль линии АВ, обозначенной на (*b*), для сплава Al–Cu–Zr в состоянии AG_HPT.

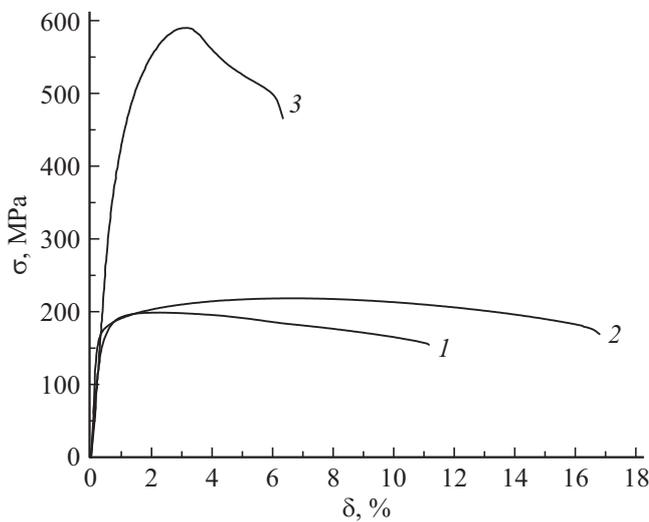


Рис. 9. Диаграммы напряжение–деформация образцов сплава Al–Cu–Zr в различных состояниях: 1 — Initial, 2 — AG, 3 — AG_HPT.

Al–Cu–Zr_AG_HPT (настоящая работа) по сравнению с ~ 465 МПа в Al–Mg–Zr_AG_HPT [14].

Исходя из данных, представленных выше, и их сравнения с механическими свойствами сплавов Al–0.4Zr

(wt.%) [11] и Al–Mg–Zr [14] (табл. 3), также прошедших предварительное старение (длительный отжиг для формирования дисперсных вторичных фаз) и последующую обработку ИПДК, можно сделать вывод, что основная роль в упрочнении исследуемого сплава Al–Cu–Zr_AG_HPT принадлежит Cu.

4. Обсуждение результатов

Известно, что электропроводность металлов наиболее чувствительна к легирующим элементам, находящимся в твердом растворе. В исходном состоянии образцы Al–Cu–Zr_Initial демонстрируют низкий уровень электропроводности, что свидетельствует о том, что легирующие элементы находятся в матрице Al в твердом растворе. После длительного отжига электропроводность значительно возросла и составила 54.8 %IACS для состояния Al–Cu–Zr_AG. Это связано, в первую очередь, с очищением матрицы от твердого раствора в результате выпадения вторичных фаз, что хорошо согласуется с данными микроструктурных исследований (рис. 3, *a, b, c*).

Обработка ИПДК привела к значительному уменьшению электропроводности — на ~ 8.7 %IACS (или увеличению удельного электросопротивления на $\Delta\rho \approx 5.9$ нОм) (табл. 3). Это связано, главным образом,

Таблица 3. Механические и электрические свойства сплавов

Материал	Состояние	H_V , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_{UTS} , МПа	δ , %	ω , MS/m	ω , % IACS	ρ , nΩm	Ссылка
Al–Cu–Zr	Initial	650 ± 45	180 ± 10	200 ± 1	10.5 ± 0.8	19.6 ± 0.36	33.7 ± 0.6	51.0	[Настоящая работа]
	AG	640 ± 15	170 ± 15	215 ± 5	17.0 ± 1.3	31.85 ± 0.06	54.8 ± 0.1	31.4	
	AG_HPT	1640 ± 35	430 ± 15	575 ± 10	4.9 ± 1.8	26.8 ± 0.1	46.1 ± 0.2	37.3	
Al–Mg–Zr	AG	555 ± 40	117 ± 6	155 ± 3	20.3 ± 2.0	32.25 ± 0.10	55.6 ± 0.2	31.0	[14]
	AG_HPT	1240 ± 20	400 ± 10	465 ± 10	3–5	30.00 ± 0.15	51.5 ± 0.3	33.3	
Al–0.4Zr	AG	399 ± 22	72 ± 6	95 ± 4	27 ± 2	34.1	58.8	29.3	[11]
	AG_HPT	464 ± 3	96 ± 2	118 ± 2	28.0 ± 0.6	32.4	55.8	30.8	

с частичным растворением частиц вторичной фазы Al_3Zr и переходом Zr в твердый раствор в процессе ИПДК, а также с уменьшением размера зерна (увеличением плотности границ зерен) и значительным увеличением плотности дислокаций L_{dis} (табл. 2). Результаты по изменению электросопротивления находятся в хорошем согласии с данными микроструктурных исследований (раздел 3.1). С другой стороны, формирование Cu-содержащих частиц приводит к уменьшению концентрации Cu в твердом растворе и, следовательно, способствует уменьшению электросопротивления. Однако, судя по тому, что ЭДС-карты атомов Cu сравнимы по концентрации (рис. 6, 7), общая объемная доля Cu-содержащих частиц невелика. Следовательно, формирование таких частиц не может значительно повлиять на величину электросопротивления.

Изменение электросопротивления из-за изменения плотности границ зерен после обработки ИПДК можно оценить как [28]:

$$\Delta\rho_{GB} = \Delta S_{GB} \delta\rho^{GB}, \quad (3)$$

где ΔS_{GB} — изменение объемной плотности границ зерен после ИПДК, $\delta\rho^{GB} = 2.6 \cdot 10^{-16} \Omega m^2$ — вклад в электросопротивление от единичной плотности границ зерен. Величина $\Delta\rho_{GB}$ составляет $\sim 0.7 \text{ n}\Omega m$.

Вклад от увеличения плотности дислокаций, определенный в соответствии с формулой [29],

$$\Delta\rho_{dis} = L_{dis} \delta\rho^{dis}, \quad (4)$$

где $\delta\rho^{dis} = 2.7 \cdot 10^{-25} \text{ m}\Omega m^3$ — вклад в электросопротивление от единичной плотности дислокаций. Полученное значение $\Delta\rho_{dis} \approx 7 \cdot 10^{-3} \text{ n}\Omega m$ пренебрежимо мало. Следует также отметить, что вклад вакансий в электрическое сопротивление в УМЗ алюминиевых сплавах, структурированных разными методами ИПД, также пренебрежимо мал [28,30].

Согласно [11,14], после аналогичной термомеханической обработки (AG_HPT) $\sim 50\%$ атомов Zr переходит в твердый раствор для сплавов Al–0.4Zr [11] и Al–Mg–Zr [14]. Исходя из подобной доли атомов Zr

в твердом растворе и для сплава Al–Cu–Zr_AG_HPT, можно оценить вклад в электросопротивление от атомов Zr, перешедших в твердый раствор как [14]:

$$\Delta\rho_{SS}^{Zr} = \delta\rho_{SS}^{Zr} \Delta C_{Zr}^{SS}, \quad (5)$$

где $\delta\rho_{SS}^{Zr} = 15.8 \text{ n}\Omega m/\text{wt.}\%$ [31] — вклад в электропроводность единичной концентрации Zr в твердом растворе, ΔC_{Zr}^{SS} — изменение концентрации Zr в твердом растворе в процессе ИПДК. Величина $\Delta\rho_{SS}^{Zr} \approx 2.7 \text{ n}\Omega m$. Следовательно, оставшаяся разница $\Delta\rho_{ad} \sim 2.5 \text{ n}\Omega m$ в электросопротивлении сплава в состояниях AG и AG_HPT вызвана действием некоторых дополнительных механизмов рассеяния электронов проводимости после обработки ИПДК. Повышению электросопротивления в образцах после обработки ИПДК может способствовать формирование сегрегаций примесных элементов на ГЗ. Образование частиц Cu-содержащей вторичной фазы на ГЗ в состоянии AG_HPT может сопровождаться формированием сегрегаций Cu на ГЗ, как это наблюдалось в сплаве Al–Cu со сравнимой концентрацией Cu (0.83 at.%) [18]. Не исключено также образование ультрамелких кластеров меди как на ГЗ, так и в теле зерна, которые слишком малы для обнаружения методами электронной микроскопии и которые могут тоже приводить к дополнительному рассеянию заряда. На возможность формирования ультрамелких нанокластеров атомами легирующих элементов, в том числе Cu, в алюминиевых сплавах указывалось ранее в работах [32,33].

На базе полученных микроструктурных параметров мы можем оценить вклады в общее упрочнение от известных для крупнозернистого состояния механизмов упрочнения. Обычно общее упрочнение металлов и сплавов является суммой вкладов различных механизмов в общее упрочнение [34]:

$$\sigma_{0.2}^{th} = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{dis} + \sigma_{GB} + \sigma_{pt}, \quad (6)$$

где $\sigma_0 = 10 \text{ МПа}$ — напряжение Пайерлса–Набарро кристаллической решетки Al [35], σ_{GB} — зернограничное упрочнение, σ_{dis} — дислокационное упрочнение, σ_{pt} — упрочнение частицами вторичной фазы и σ_{ss} — твердо-растворное упрочнение.

Зернограничное упрочнение определяется соотношением Холла–Петча [36]:

$$\sigma_{GB} = KD_{av}^{-1/2}, \quad (7)$$

где $K = 0.07 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ — коэффициент Холла–Петча [37], D_{av} — средний размер зерна. Аналогично работам [12,14,38], для оценки зернограничного упрочнения значение коэффициента было взято равным $K = 0.07 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$. Следует отметить, что для такого значения коэффициента K теоретические оценки вкладов (не показанных здесь) в упрочнение и полученное, соответственно, теоретическое значение предела текучести для исходного состояния находятся в хорошем количественном согласии с экспериментальным значением $\sigma_{0.2}$.

Вклад от дислокационного упрочнения можно оценить по формуле Тэйлора [39]:

$$\sigma_{dis} = M\alpha GbL_{dis}^{1/2}, \quad (8)$$

где $M = 3.06$ — фактор Тейлора [39], $\alpha = 0.33$ — параметр междислокационного взаимодействия [40], $G = 26 \text{ ГПа}$ — модуль сдвига, $b = 0.286 \text{ нм}$ — величина вектора Бюргерса, L_{dis} — плотность дислокаций.

Вклад от примесных элементов, находящихся в твердом растворе, можно определить как [41]:

$$\sigma_{SS} = \sum k_i (C_i^{SS})^{2/3}, \quad (9)$$

где для циркония $k_{Zr} = 9 \text{ МПа} (\text{wt.}\%)^{-2/3}$ [11], для меди $k_{Cu} = 46.4 \text{ МПа} (\text{wt.}\%)^{-2/3}$ [41].

Максимально возможное твердорастворное упрочнение достигается при условии нахождения всех примесей легирующих элементов в твердом растворе, в этом случае $\sigma_{ss} \approx 64.4 \text{ МПа}$. Для состояния Al–Cu–Zr_AG_HPT такое значение является завышенным, так как, согласно микроструктурным данным и данным по изменению электросопротивления, часть легирующих элементов находится в преципитатах вторичной фазы.

Вклад в упрочнение от наноразмерных частиц фазы Al_3Zr можно оценить из упрочнения по механизму Орована, так как размер частиц превышает критическое значение $d_{pt} \approx 5.6 \text{ нм}$, ниже которого реализуется механизм упрочнения за счет перерезания частиц [42,43]. Согласно [42,43], упрочнение по механизму Орована можно оценить как

$$\sigma_{Or} = \frac{0.4MG_{Al}b}{\pi L} \cdot \frac{\ln(\pi\langle r \rangle/2b)}{\sqrt{1-\nu}}, \quad (10)$$

где $G_{Al} = 26 \text{ ГПа}$ — модуль сдвига, $\nu = 0.345$ — коэффициент Пуассона [44], $\langle r \rangle$ — средний радиус частиц, L — расстояние между преципитатами, которое можно оценить по формуле [43]:

$$L = \langle r \rangle \left(\sqrt{\frac{2\pi}{3f_V}} - \frac{\pi}{2} \right), \quad (11)$$

где f_V — общая объемная доля частиц фазы Al_3Zr .

Согласно работам [11] и [14], в аналогичных предварительно состаренных сплавах Al–0.4Zr [11] и Al–0.53Mg–0.27Zr [14] при обработке ИПДК большая доля Zr переходит в твердый раствор, а на преципитаты Al_3Zr остается 0.22–0.24 vol.%. Исходя из этой объемной доли, оценка вклада в упрочнение от преципитатов Al_3Zr размером $d_{pt} = 17 \text{ нм}$ в состоянии Al–Cu–Zr_AG_HPT дает значение $\sigma_{pt} = 55–57.5 \text{ МПа}$. Полученные оценки вкладов в упрочнение и общего суммарного упрочнения $\sigma_{0.2}^{th}$ приведены в табл. 4. Видно, что экспериментально полученное значение $\sigma_{0.2}^{exp} = 430 \text{ МПа}$ значительно превышает $\sigma_{0.2}^{th} \approx 300 \text{ МПа}$. Таким образом, на упрочнение от легирования медью дополнительно к вкладу в твердорастворное упрочнение ($< 60 \text{ МПа}$) приходится еще не менее 130 МПа.

Это означает, что помимо вклада меди в твердорастворное упрочнение за счет нахождения доли ее в твердом растворе и в зернограничное упрочнение за счет уменьшения размера зерна (плотности границ зерен) в состоянии Al–Cu–Zr_AG_HPT, присутствие меди вызывает колоссальное дополнительное упрочнение, нетипичное для крупнозернистого состояния.

Наиболее вероятной причиной такого дополнительного упрочнения сплава Al–Cu–Zr_AG_HPT может быть сегрегация Cu в границах зерен. Известно, что медь активно сегрегирует в ГЗ в процессе ИПДК-обработки сплавов системы Al–Cu, в которых исходно Cu находилась в состоянии твердого раствора [18,45]. Сегрегация Cu в ГЗ наблюдалась в сплаве системы Al–Zn–Mg–Cu (с содержанием меди 2.5 wt.%), подвергнутого равноканальному угловому прессованию при 200°C [45]. В работе [18] исследовался сплав Al–0.83 at.% Cu (с близкой нашему случаю концентрацией Cu), подвергнутый обработке ИПДК при комнатной температуре, и было показано, что начиная уже с ранних стадий деформации (0.5 оборота) происходит распад твердого раствора и сегрегация Cu в границы зерен с увеличением ее концентрации на ГЗ в 3–4 раза по сравнению с концентрацией в зерне и шириной концентрационного профиля $\sim 1–2 \text{ нм}$. С увеличением степени ИПДК происходит формирование наноразмерных частиц преимущественно θ -фазы на ГЗ. В нашем случае обработка ИПДК применяется к предварительно состаренному сплаву, в котором уже имеются выделения фазы Al_3Zr . Наши микроструктурные исследования и данные по изменению электросопротивления показали, что происходит частичное растворение этой фазы в результате ИПДК. Поскольку в процессе ИПДК образуется много дефектов (вакансий, дислокаций, новых ГЗ), которые ускоряют диффузионные процессы, то растворение также может сопровождаться сегрегационными процессами примесных элементов. Формирование Cu-содержащих частиц на ГЗ (рис. 8) в результате ИПДК косвенно указывает на такие сегрегационные процессы.

Согласно [46,47] начало пластического течения в УМЗ Al с размером зерна $< 1000 \text{ нм}$ контролируется эмиссией дислокаций из границ зерен, при этом границы

Таблица 4. Оценки вкладов различных механизмов упрочнения в прочность различных алюминиевых сплавов в состояниях AG_HPT в сравнении с экспериментальным значением предела текучести

Материал и его состояние	σ_0 , МПа	σ_{GB} , МПа	σ_{dis} , МПа	σ_{SS} , МПа	σ_{Gr} , МПа	$\sigma_{0.2}^{th}$, МПа	$\sigma_{0.2}^{exp}$, МПа	Ссылка
Al–1.47Cu–0.34Zr (AG_HPT)	10.0	131.0	38.3	< 64.4	55.0–57.5	299–301	430	Настоящая работа
Al–0.53Mg–0.27Zr (AG_HPT)	10.0	110.7	24.2	< 22.8	80–84	249–253	400	[14]
Al–0.4Zr (AG_HPT)	10.0	77.0	11.3	4.4	–	97.8	96	[12]

зерен могут служить как источниками, так и стоками для дислокаций [48]. В УМЗ-структуре дислокации после эмиссии из границ будут перемещаться через зерно и захватываться противоположными границами зерен с последующим переползанием по границе и частичной аннигиляцией, обеспечивая динамический возврат дислокационной структуры. Сегрегация примесных элементов на ГЗ может влиять на критическое напряжение испускания дислокаций.

Например, в [49] методом АПТ была обнаружена значительная сегрегация Mg по границам зерен в УМЗ сплаве Al с 5.7 wt.% Mg, структурированном методом ИПДК, и было высказано предложение, что именно такая сегрегация приводит к значительному увеличению прочности этого УМЗ сплава за счет препятствования эмиссии дислокаций из ГЗ. Кроме того, в течение деформации ГЗ могут действовать как барьеры для скольжения дислокаций, вызывая скопление дислокаций перед ГЗ. Только при достижении некоторого критического напряжения скольжение будет инициироваться в соседнем зерне. Сегрегации могут увеличивать это критическое напряжение и, следовательно, увеличивать коэффициент K в уравнении Холла–Петча (7) [50,51]. Теоретические расчеты из первых принципов [51] и методами молекулярной динамики [52] также показали, что сегрегация Cu и Mg в ГЗ приводит к увеличению предела текучести в УМЗ Al.

Примечательно, что подобное дополнительное упрочнение (~ 150 МПа) было выявлено и в сплаве Al–Mg–Zr_AG_HPT со сравнимой концентрацией Mg — 0.6 at.% (таблица 4 и [14]). Известно, что Mg тоже активно сегрегирует в ГЗ при обработке ИПДК [53,54]. Сегрегация Cu в ГЗ способствует некоторому очищению зерен от Cu. Оценки показывают, что сегрегация, подобная наблюдаемой в работе [18], в нашем сплаве Al–Cu–Zr с номинальным содержанием меди 1.47 wt.% (0.63 at.%) и размером зерна ~ 300 nm привела бы лишь к незначительному уменьшению концентрации Cu в зерне (только на ~ 0.02 wt.%).

В случае формирования ультрамалых кластеров Cu в УМЗ сплаве Al–Cu–Zr_AG_HPT, они также будут вносить вклад в упрочнение, однако их вклад,

согласно оценке, проведенной в [33] для УМЗ-сплава Al–Zn–Mg–Cu с близким содержанием 1.38 wt.% Cu, будет менее 44 МПа.

Таким образом, сопоставление экспериментальных значений прочности (предела текучести) и значений, рассчитанных на базе микроструктурных параметров и изменения электропроводности, указывает на действие дополнительных механизмов упрочнения в УМЗ структуре сплава системы Al–Cu–Zr, структурированного методом ИПДК. Наиболее вероятными причинами такого значительного (~ 130 МПа) упрочнения могут являться сегрегация Cu в границах зерен и формирование ультрамалых нанокластеров Cu. Для прямого подтверждения указанных причин требуется продолжение исследований тонкой структуры ГЗ и атомного распределения Cu в пределах зерен методами атомной пространственной томографии.

5. Заключение

Впервые исследовано влияние ИПДК на микроструктуру, механические и электрические свойства предварительно состаренного сплава Al–1.47Cu–0.34Zr (wt.%). Показано, что легирование медью с концентрацией 1.47 wt.% или соответственно 0.63 at.% обеспечивает колоссальное упрочнение ($\sigma_{0.2} \sim 430$ МПа, $\sigma_{UTS} \sim 574$ МПа) при приемлемом уровне электропроводности 46.1 %IACS и пластичности до 5%. Предел прочности σ_{UTS} данного сплава в состоянии AG_HPT почти в пять раз превышает σ_{UTS} сплава Al–0.4Zr в том же состоянии. Показано, что микролегирование медью более эффективно для увеличения прочности по сравнению с Mg с тем же атомным содержанием в УМЗ сплаве, при этом приводит к меньшему снижению пластичности.

Микроструктурные исследования показали, что после предварительного старения в сплаве Al–Cu–Zr формируются равномерно распределенные в объеме зерен наноразмерные частицы метастабильной фазы Al₃Zr (L₂) со средним размером 9.3 nm, а также более крупные частицы со средним размером 34 nm на границах зерен. Обработка ИПДК наряду с формированием однофазной

УМЗ структуры приводит к частичному растворению частиц фазы Al_3Zr и формированию преимущественно на границах зерен отдельных Cu-содержащих наноразмерных частиц с размерами 20–40 nm. Изменения микроструктуры после старения и последующей ИПДК находятся в хорошей корреляции с изменением электросопротивления.

На базе микроструктурных параметров, определенных методами РСА, ПЭМ и ПРЭМ, а также изменения электросопротивления проведен анализ действующих механизмов упрочнения в состоянии AG_НРТ и рассчитаны их вклады в общее упрочнение. Проведенный анализ показал, что добавка меди ~ 1.5 wt.% способствует значительному измельчению зерна и, как следствие, увеличивает зернограничное упрочнение. Часть меди остается в твердом растворе и вносит вклад в зернограничное упрочнение. Кроме того, легирование медью приводит к колоссальному дополнительному упрочнению (~ 130 МПа) в УМЗ сплаве, нетипичному для крупнозернистого состояния и обусловленному, наиболее вероятно, сегрегацией Cu на границах зерен и формированием нанокластеров Cu.

Благодарности

Авторы выражают благодарность ресурсному центру „Нанотехнологии“ научного парка СПбГУ и лично Д.В. Данилову за проведение исследований методом сканирующей электронной микроскопии.

Финансирование работы

Работа выполнена при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-08-00474).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Astm B941-16, Standard Specification for Heat Resistant Aluminum-Zirconium Alloy Wire for Electrical Purposes, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.
- [2] N.A. Belov, A.N. Alabin, D.G. Eskin, V.V. Istomin-Kastrovskii. *J. Mater. Sci.* **41**, 18, 5890 (2006).
- [3] P.H.L. Souza, C.A.S. de Oliveira, J.M. do Vale Quaresma. *J. Mater. Res. Technol.* **7**, 1, 66 (2018).
- [4] K.E. Knippling, D.C. Dunand, D.N. Seidman. *Z. Metallkd.* **97**, 3, 246 (2006).
- [5] K.E. Knippling, D.N. Seidman, D.C. Dunand. *Acta Mater.* **59**, 3, 943 (2011).
- [6] European Committee for Standardization (CEN). En 50183, Overhead Power Line Conductors — Bare Conductors of Aluminium Alloy with Magnesium and Silicon Content. CEN, Bruxelles (2002).
- [7] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. *Prog. Mater. Sci.* **45**, 2, 103 (2000).
- [8] H. Miyamoto, K. Ota, T. Mimaki. *Scripta Mater.* **54**, 10, 1721 (2006).
- [9] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. *Prog. Mater. Sci.* **53**, 6, 893 (2008).
- [10] R. Reihanian, R. Ebrahimi, N. Tsuji, M.M. Moshksar. *Mater. Sci. Eng. A* **473**, 1–2, 189 (2008).
- [11] T.S. Orlova, A.M. Mavlyutov, T.A. Latynina, E.V. Ubyivovk, M.Y. Murashkin, R. Schneider, D. Gerthsen, R.Z. Valiev. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **55**, 1, 92 (2018).
- [12] T.S. Orlova, T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev. *J. Alloys Compd.* **784**, 41 (2019).
- [13] T.A. Latynina, A.M. Mavlyutov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, T.S. Orlova. *Phil. Mag.* **99**, 19, 2424 (2019).
- [14] T.S. Orlova, T.A. Latynina, M.Y. Murashkin, F. Chabanais, L. Rigutti, W. Lefebvre. *J. Alloys Compd.* **859**, 157775 (2021).
- [15] A.M. Мавлютов, Т.С. Орлова, Э.Х. Яппарова. *ПЖТФ* **46**, 18, 30 (2020).
- [16] Y. Huang, J.D. Robson, P.B. Prangnell. *Acta Mater.* **58**, 5, 1643 (2010).
- [17] V.D. Sidikov, M. Yu Murashkin, R.Z. Valiev. *J. Alloys Compd.* **735**, 1792 (2018).
- [18] Y. Nasedkina, X. Sauvage, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev, N.A. Enikeev. *J. Alloys Compd.* **710**, 736 (2017).
- [19] M. Murayama, Z. Horita, K. Hono. *Acta Mater.* **49**, 1, 21 (2001).
- [20] W. Huang, Z. Liu, M. Lin, X. Zhou, L. Zhao, A. Ning, S. Zeng. *Mater. Sci. Eng. A* **546**, 26 (2012).
- [21] H. Jia, R. Bjørge, K. Marthinsen, Y. Li. *J. Alloys Compd.* **697**, 239 (2017).
- [22] L. Lutterotti, R. Matthies, H.R. Wenk, A. Schultz, J. Richardson. *J. Appl. Phys.* **81**, 2, 594 (1997).
- [23] G.K. Williamson, R.E. Smallman. *Philos. Mag.* **1**, 1, 34 (1956).
- [24] N.A. Belov, A.N. Alabin, A.R. Teleuova. *Met. Sci. Heat Treat.* **53**, 9, 455 (2012).
- [25] K.E. Knippling, R.A. Karnesky, C.P. Lee, D.C. Dunand, D.N. Seidman. *Acta Mater.* **58**, 15, 5184 (2010).
- [26] K.E. Knippling, D.C. Dunand, D.N. Seidman. *Acta Mater.* **56**, 1, 114 (2008).
- [27] A. Paul, T. Laurila, V. Vuorinen, S.V. Divinski. *Thermodynamics, Diffusion and the Kirkendall Effect in Solids*. Springer Int. Publ., Cham (2014). 529 p.
- [28] Y. Miyajima, S.Y. Komatsu, M. Mitsuhashi, S. Hata, H. Nakashima, N. Tsuji. *Phil. Mag.* **90**, 34, 4475 (2010).
- [29] A.S. Karolik, A.A. Luhvich. *J. Phys. Condens. Matter* **6**, 4, 873 (1994).
- [30] H. Jia, R. Bjørge, L. Cao, H. Song, K. Marthinsen, Y. Li. *Acta Mater.* **155**, 199 (2018).
- [31] F. Kutner, G. Lang. *Aluminum* **52**, 322 (1976).
- [32] G. Sha, A. Cerezo. *Acta Mater.* **52**, 15, 4503 (2004).
- [33] Y. Zhang, S. Jin, P. Trimby, X. Liao, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, G. Sha. *Mater. Sci. Eng. A* **752**, 223 (2019).
- [34] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen. *Acta Mater.* **57**, 4198 (2009).
- [35] G.E. Totten, D.S. MacKenzie. *Handbook of Aluminium*. Marcel Dekker, N.Y. (2003). 1310 p.
- [36] E.O. Hall. *Proc. Phys. Soc. B* **64**, 9, 747 (1951).
- [37] D.B. Witkin, E.J. Lavernia. *Prog. Mater. Sci.* **51**, 1, 1 (2006).
- [38] T. Shanmugasundaram, M. Heilmaier, B.S. Murty, V.S. Sarma. *Mater. Sci. Eng. A* **527**, 7821 (2010).
- [39] N. Hansen, X. Huang. *Acta Mater.* **46**, 5, 1827 (1998).

- [40] F.R.N. Nabarro, Z.S. Basinski, D.B. Holt. *Adv. Phys.* **13**, 50, 193 (1964).
- [41] O.R. Myhr, Ø. Grong, S.J. Andersen. *Acta Mater.* **49**, 1, 65 (2001).
- [42] C.B. Fuller, D.N. Seidman, D.C. Dunand. *Acta Mater.* **51**, 16, 4803 (2003).
- [43] W. Lefebvre, N. Masquelier, J. Houard, R. Patte, H. Zapolsky. *Scripta Mater.* **70**, 43 (2014).
- [44] M.A. Meyers, K.K. Chawla. *Mechanical Metallurgy: Principles and Applications*. Prentice Hall, N.J. (1984). 762 p.
- [45] G. Sha, L. Yao, X. Liao, S.P. Ringer, Zh.Ch. Duan, T.G. Langdon. *Ultramicroscopy* **111**, 500 (2011).
- [46] S. Cheng, J.A. Spencer, W.W. Milligan. *Acta Mater.* **51**, 15, 4505 (2003).
- [47] V. Yamakov, D. Wolf, S.R. Phillpot, A.K. Mukherjee, H. Gleiter. *Nature Mater.* **1**, 1, 45 (2002).
- [48] J.P. Hirth. *Met. Trans.* **11**, 6, 861 (1972).
- [49] R.Z. Valiev, N.A. Enikeev, M.Y. Murashkin, V.U. Kazykhanov, X. Sauvage. *Scripta Mater.* **63**, 9, 949 (2010).
- [50] J.P. Hirth, J. Lothe. *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill, N.Y. (1968). 780 p.
- [51] D. Zhao, O.M. Løvvik, K. Marthinsen, Y. Li. *Acta Mater.* **145**, 235 (2018).
- [52] E. Nes, B. Holmedal, E. Evangelista, K. Marthinsen. *Mater. Sci. Eng. A* **410**, 178 (2005).
- [53] X. Sauvage, N. Enikeev, R. Valiev, Y. Nasedkina, M. Murashkin. *Acta Mater.* **72**, 125 (2014).
- [54] Y. Liu, M. Liu, X. Chen, Y. Cao, H.J. Roven, M. Murashkin, R.Z. Valiev, H. Zhou. *Scripta Mater.* **159**, 137 (2019).

Редактор Е.Ю. Флегонтова