

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.1:539.89

ВЛИЯНИЕ ИСХОДНОГО СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ ЖАРОПРОЧНОЙ Cr–Mo-СТАЛИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

© 2019 г. А. Б. Найзабеков^а, И. Е. Волокитина^а, *

^аРудненский индустриальный институт, 111500 Казахстан, Рудный, улица 50 лет Октября, 38

*e-mail: irinka.vav@mail.ru

Поступила в редакцию 21.02.2018 г.

После доработки 09.08.2018 г.

Показаны закономерности формирования ультрамелкозернистой структуры термически обработанной релаксационностойкой жаропрочной хромомолибденовой стали в процессе равноканального углового прессования (РКУП). Актуальность данной работы связана с более глубоким пониманием теоретических представлений и практических аспектов структурообразования при РКУП и с возможностью значительного расширения области применения данной стали за счет создания передовых технологических процессов получения ультрамелкозернистых полуфабрикатов и изделий с качественно новым уровнем физико-механических свойств. Впервые показана возможность формирования ультрамелкозернистой структуры при комбинировании метода РКУП и термической обработки исследованной стали. Установлено, что образующиеся в материалах субмикроструктурные структуры обеспечивают значительное улучшение комплекса механических свойств, приближая материал к классу высокопрочных. Предложенные технологии позволяют получать бездефектные объемные заготовки с однородной ультрамелкозернистой структурой и различным сочетанием прочности и пластичности.

Ключевые слова: сталь, термическая обработка, РКУП, микроструктура, механические свойства

DOI: 10.1134/S001532301902013X

ВВЕДЕНИЕ

За последнее время было показано, что одной из основных задач материаловедения является получение субмикроструктурной или нанокристаллической структуры в металлических материалах, которая обеспечивает в них уникальное сочетание технологических и служебных свойств. Механические свойства зависят от таких структурных параметров, как размер зерен, плотность дислокаций, тип границ зерен. Наиболее простым и эффективным способом получения материалов с ультрамелкозернистой структурой является термомеханическая обработка, основанная на сочетании больших пластических деформаций, методами интенсивной пластической деформации, и отжига. Варьируя режимы термомеханической обработки, можно получать структуры с различными параметрами в результате развития тех или иных рекристаллизационных процессов, что позволяет управлять свойствами материалов в широких пределах [1–5].

Несмотря на появившееся в последние годы большое количество исследовательских работ, посвященных материалам, полученным методами интенсивной пластической деформации [6–8],

остается еще много вопросов, связанных с получением комплекса оптимальных механических свойств материалов после равноканального углового прессования (РКУП). Сложность этой проблемы связана с тем, что при пластической деформации материал упрочняется, исчерпывает запас пластичности, становясь хрупким, что снижает возможности его практического применения [9–11]. Термическая обработка повышает пластичность и ударную вязкость, но прочность снижается. Кроме того, подбор оптимальных режимов обработки методом РКУП приходится производить для каждого материала индивидуально в связи с различиями протекания процессов измельчения зерен и рекристаллизации в материалах с различной структурой [12–14].

В настоящее время накоплено большое количество экспериментальных результатов о влиянии температуры при РКУП [15], кантовки образцов [16], температуры нагрева после деформации и т.д. [17, 18] на структуру и механические свойства металлов. Однако в научно-технической литературе практически отсутствуют сведения о роли таких важных факторов как: исходное структурное состояние и степень предварительной деформации

ции, которые могут быть основополагающими для создания рациональной технологии упрочнения и быть полезными при внесении корректировок в существующие технологии РКУП, особенно сталей. Исследование структуры и механических свойств сталей, подвергнутых РКУП в различных исходных структурных состояниях, может дать возможность рассмотреть процессы формирования микроструктуры в зависимости от исходного фазового и структурного состояния стали. А также дать представление о влиянии основных упрочняющих факторов, таких, как размер зерна или структурных составляющих, дисперсности и объемной доли частиц на прочностные свойства и стабильность ультрамелкозернистой структуры к нагреву.

Цель настоящей работы – исследовать влияние предварительной и окончательной термических обработок и РКУП на микроструктуру и механические свойства стали марки 35ХМ.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом исследования являлась релаксационностойкая жаропрочная хромомолибденовая сталь марки 35ХМ, имеющая следующий состав, (в мас. %): 0.35 С; 0.25 Si; 0.60 Mn; 0.20 Ni; 0.95 Cr; 0.25 Mo; 0.20 Cu, 0.03 S, 0.03 P, основа Fe. В соответствии с задачей исследования, изучалось влияние предварительной термической обработки на структуру и механические свойства стали марки 35ХМ после РКУП. Для этого заготовки до РКУП были подвергнуты предварительной термической обработке по следующим режимам: 1 – отжиг при $t = 800^\circ\text{C}$ (охлаждение вместе с печью); 2 – нормализация при $t = 800^\circ\text{C}$ (охлаждение на воздухе); 3 – закалка от $t = 850^\circ\text{C}$ (охлаждение в масле); 4 – улучшение, закалка от $t = 850^\circ\text{C}$ + отпуск при $t = 550^\circ\text{C}$ (охлаждение в масле).

Длительность выдержки при нагреве для всех режимов составляла 20 мин.

После предварительной термической обработки образцы квадратного сечения $15 \times 15 \times 70$ мм подвергали РКУП в равноканальной ступенчатой матрице с углом стыка каналов 125° при $t = 400^\circ\text{C}$ по маршруту Вс с кантовкой заготовки на 90° вокруг продольной оси, так как данный угол и маршрут являются наиболее эффективными для измельчения структуры [19]. Количество проходов – 6. Трение между инструментом и заготовкой снижалось применением пальмового масла в качестве лубриканта. Эксперимент проводился на кривошипном горячештамповочном одностоечном прессе усилием 1000 кН модели ПБ 6330-02.

Для определения стабильности ультрамелкозернистой структуры к нагреву проводили лабораторный эксперимент, при котором образцы после РКУП разрезали перпендикулярно направле-

нию последнего сдвига при РКУП на тонкие пластинки толщиной 5 мм и подвергали выдержке 1 ч при температурах $200\text{--}600^\circ\text{C}$, с охлаждением в воде, для фиксации структурных изменений, вызванных нагревом.

После каждой операции проводили металлографический анализ всех образцов в поперечном и продольном сечениях на растровом сканирующем микроскопе JSM 5910. Подготовку шлифов для металлографического анализа осуществляли по стандартной методике. С целью определения доли высокоугловых границ после РКУП проводили EBSD-анализ при помощи РЭМ Philips XL-30 с полевым катодом. Разориентировку вычисляли между соседними (смежными) точками сканирования. Ввиду экспериментальной погрешности EBSD-метода все малоугловые границы с разориентировкой меньше 2° были исключены из рассмотрения. В качестве критерия мало- и большеугловых границ использовали разориентировку 15° .

Механические свойства стали оценивали при испытаниях на растяжение. Для оценки механических характеристик использовали крутильно-разрывную машину М140КУ. Испытывали стандартные образцы цилиндрической формы (диаметр рабочей части 3 мм длина 15 мм). Скорость растяжения образцов 0.5 мм/мин, что соответствует скорости деформации $0.56 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Все образцы исследовали в их средней плоскости, чтобы избежать влияния периферийных областей.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

1. Результаты исследований микроструктуры после предварительной термической обработки. Микроструктура стали марки 35ХМ после предварительной термической обработки представлена на рис. 1.

Анализ микроструктуры показал, что после предварительной термической обработки получены стандартные типы структур: феррито-перлитная, мартенситная и сорбитная, с размером зерна 15–22 мкм.

2. Результаты исследований микроструктуры после РКУП. Микроструктура стали 35ХМ после 6 проходов РКУП представлена на рис. 2.

Проведя сравнение рис. 1 и 2, можно с уверенностью сказать, что после РКУП происходит интенсивное измельчение структурных составляющих стали. После 6-го цикла деформирования получена относительно однородная зеренная/субзеренная структура с размером зерна 0.3–0.6 мкм. После проведения восьми циклов размер зерен остается почти таким же, как и после проведения шести циклов деформирования. Структура всех исследуемых образцов представляет собой феррито-перлитную. Цементитные частицы в пер-

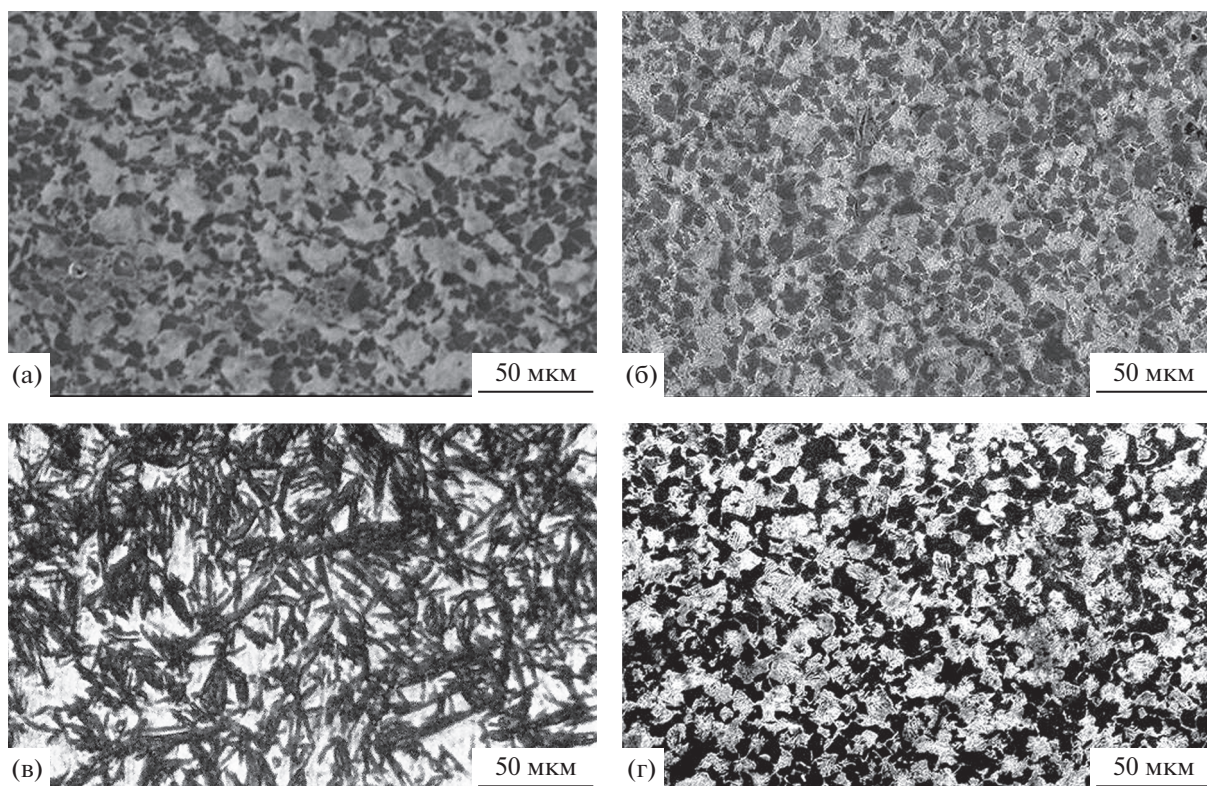


Рис. 1. Микроструктура стали марки 35ХМ после предварительной термической обработки: а – отжиг; б – нормализация; в – закалка; г – улучшение.

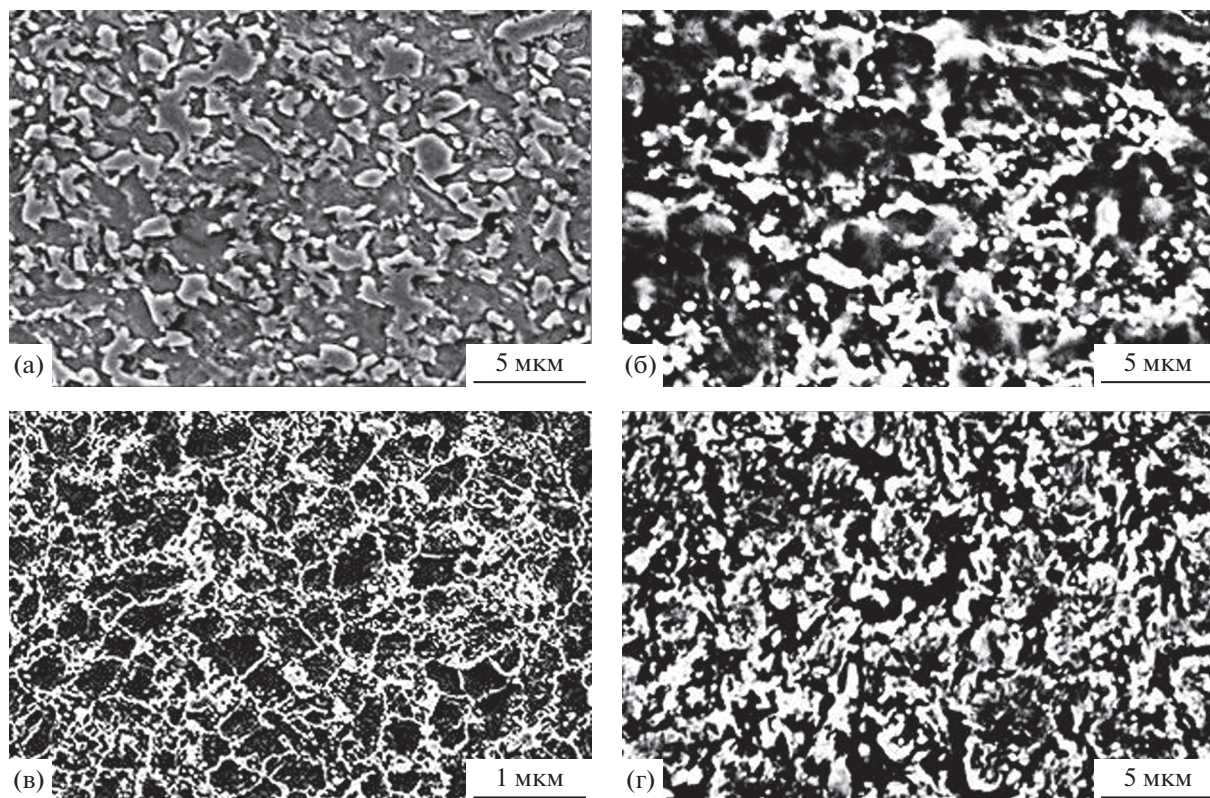


Рис. 2. Микроструктура стали марки 35ХМ после 6 циклов РКУП в поперечном сечении. Предварительная термическая обработка: а – отжиг; б – нормализация; в – закалка; г – улучшение.

лите размером от 1500 до 200 нм имеют несферическую форму.

Наиболее однородная и мелкозернистая структура, размером 0.3–0.5 мкм была получена после РКУП стали имеющей исходную структуру мартенсита. Это объясняется тем, что сталь в исходном мартенситном структурном состоянии до РКУП характеризуется наименьшим размером структурных составляющих за счет сформированных после закалки пластин малой толщины. РКУП сопровождается образованием мало- и высокоугловых границ в феррите, фрагментацией пластин феррита и мартенсита.

Закалка с высоким отпуском перед РКУП приводит к образованию в структуре участков феррита, почти не содержащих карбидов и участков с цементитными выделениями. Ферритная составляющая фрагментируется в процессе теплого РКУП, зерна феррита имеют преимущественно большеугловую разориентировку и размеры 0.5–0.6 мкм, также присутствуют цементитные частицы размером от 25 до 500 нм, которые имеют глобулярную форму. В процессе РКУП происходит растворение наиболее мелких карбидных частиц, расположенных внутри кристаллов α -фазы, которые выделились при отпуске после закалки. Таким образом, в процессе РКУП происходит “очищение” областей феррита от карбидов, что облегчает накопление деформации и развитие фрагментации таких участков.

Анализ размеров и расположения карбидов в структуре исследуемой стали до и после РКУП показал, что предварительная термическая обработка закалка и улучшение влияет на наиболее однородное распределение как крупных, так и мелких карбидов.

Сопоставление микротвердости стали марки 35ХМ, полученной после предварительной термической обработки, с микротвердостью после РКУП приведено в табл. 1.

Результаты исследования микротвердости стали марки 35ХМ свидетельствуют, что РКУП позволяет получить достаточно однородную твердость по сечению образца, что объясняется формированием однородной дисперсной структуры в поперечном сечении заготовки.

После шести проходов РКУП по сравнению с исходным состоянием микротвердость возрастает примерно в 2 раза. При этом основной прирост микротвердости приходится на первый проход – 20%.

Помимо исследования изменения структуры и микротвердости при деформировании, были исследованы механические свойства при растяжении после каждого цикла деформации (рис. 3) и после каждого вида предварительной термической обработки и РКУП (табл. 2).

Изменение значений предела текучести и предела прочности (как и изменение микротвердости)

Таблица 1. Результаты определения микротвердости, МПа

Вид термической обработки	До РКУП	После 6 циклов РКУП
Отжиг	1720	3050
Нормализация	1950	3420
Закалка	2410	3870
Улучшение	2120	3650

Таблица 2. Результаты механических испытаний стали с различной исходной структурой после 6 циклов РКУП

Вид термической обработки	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %	ψ , %
Отжиг	895	790	5.8	14.2
Нормализация	960	900	5.5	14.0
Закалка	2180	1700	4.0	12.1
Улучшение	1100	1020	8.1	15.2

при РКУП фиксируется уже после первого прохода. Длина участка равномерной пластической деформации при растяжении всех исследуемых материалов после проведения РКУП уменьшается с увеличением степени деформации. Длина практически горизонтального участка равномерной пластической деформации после шести проходов РКУП стали 35ХМ составляет 5% и дальнейшее удлинение образца идет с уменьшением напряжения. После шести проходов РКУП предел текучести стали марки 35ХМ увеличился на 75%, а временное сопротивление на 60%.

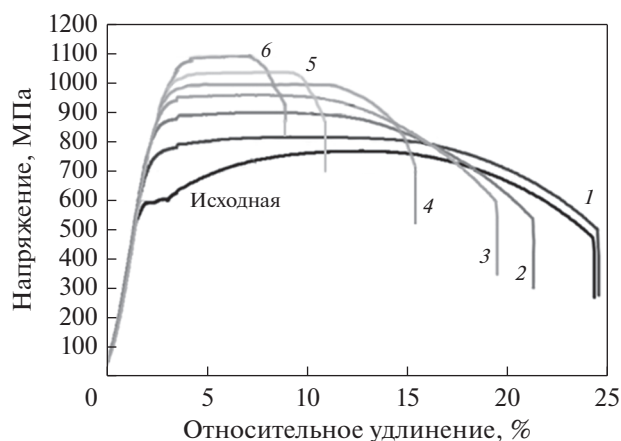


Рис. 3. Диаграммы растяжения образцов стали марки 35ХМ в улучшенном исходном состоянии после каждого прохода РКУП: 1 – 1 проход; 2 – 2 проход; 3 – 3 проход; 4 – 4 проход; 5 – 5 проход; 6 – 6 проход.

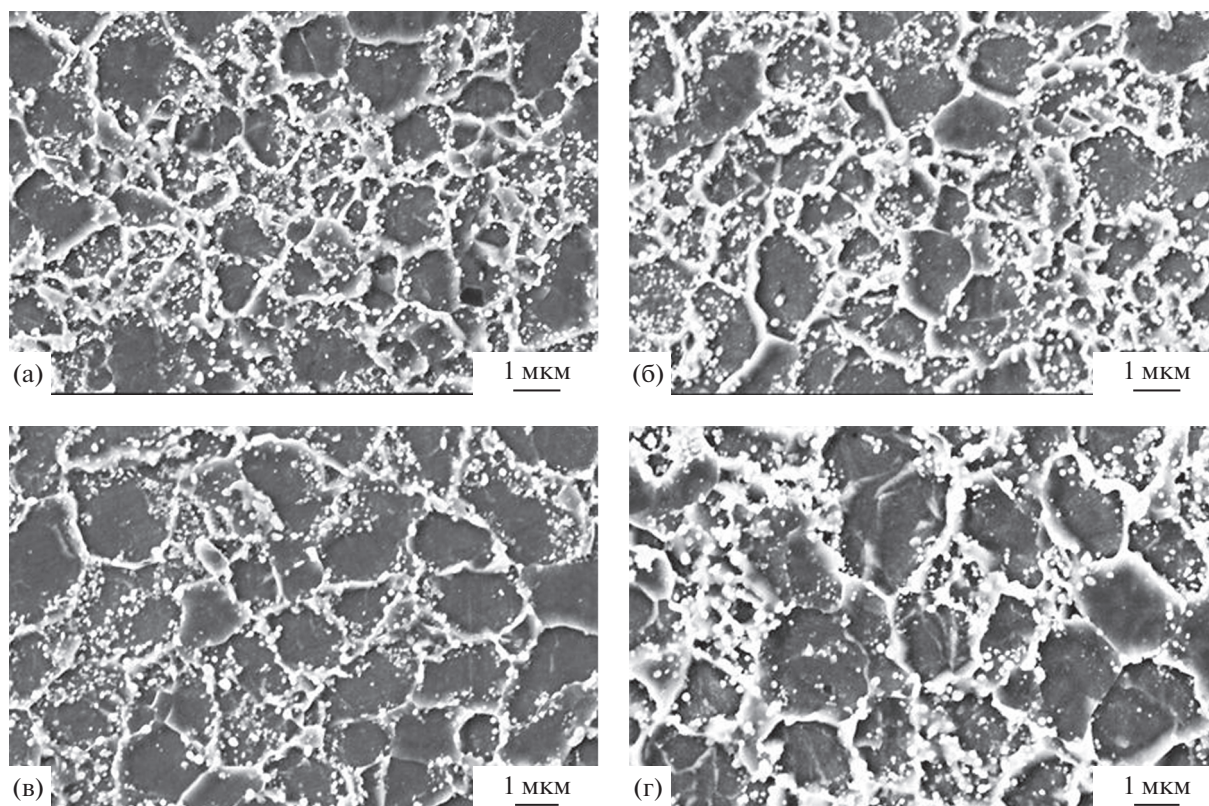


Рис. 4. Микроструктура стали марки 35ХМ в улучшенном исходном состоянии после 6 циклов РКУП и нагрева: а – 300; б – 400; в – 500; г – 600°С.

РКУП приводит к видимому изменению вида кривых “напряжение–деформация” стали марки 35ХМ. На кривых с исходной феррито-перлитной структурой пропадает площадка текучести, пределы текучести и прочности возрастают ($\sigma_{0.2} = 900$ МПа, $\sigma_b = 960$ МПа), а вот общее удлинение до разрушения образцов значительно снижается с 33 до 5.8%.

Кривая “напряжение–деформация” образцов со структурой мартенсита в исходном состоянии показывает высокий предел прочности $\sigma_b = 1700$ МПа, а в деформированном состоянии $\sigma_b = 2180$ МПа. Как видно из полученных данных эффект упрочнения в сталях с мартенситной структурой проявляется слабо по сравнению с другими исходными структурными состояниями.

3. Результаты исследований микроструктуры после нагрева. Структура, сформированная в ходе РКУП предварительно улучшенного образца, имеет наибольшую долю высокоугловых границ зерен по сравнению с образцами, подвергнутыми РКУП после нормализации, отжига и закалки, поэтому для определения температуры начала рекристаллизации используем образцы после улучшения + РКУП 6 циклов. Микроструктура стали 35ХМ после РКУП и нагрева представлена на рис. 4.

Электронно-микроскопический анализ показал, что после нагрева стали 35ХМ до температуры 300–400°С структура частично сохраняет свое ультрамелкозернистое строение (рис. 4а, 4б). Наряду с мелкозернистой структурой (средний размер зерна 1.2 мкм) присутствует и ультрамелкозернистая структура (зерно в среднем 0.5 мкм). Наблюдается значительное количество карбидных частиц.

После нагрева до температуры 500°С зерна начинают расти, что свидетельствует о начале рекристаллизационных процессов, размер зерен составляет 1.5–2.0 мкм. После нагрева до 600°С размер зерен увеличивается и составляет 2.0–3.0 мкм. Зерна при этом становятся равноосными. В структуре обнаруживаются и относительно крупные частицы карбидов с размерами от 40 до 130 нм, что свидетельствует о протекании наряду с процессом рекристаллизации процессов коагуляции карбидной фазы.

Кривые растяжения образцов после нагрева деформированного металла приведены на рис. 5.

Отжиг при температуре 200°С не приводит к существенному изменению характеристик прочности и пластичности. После отжига при 300°С на диаграмме растяжения наблюдается ярко выраженный зуб на площадке текучести. Появление

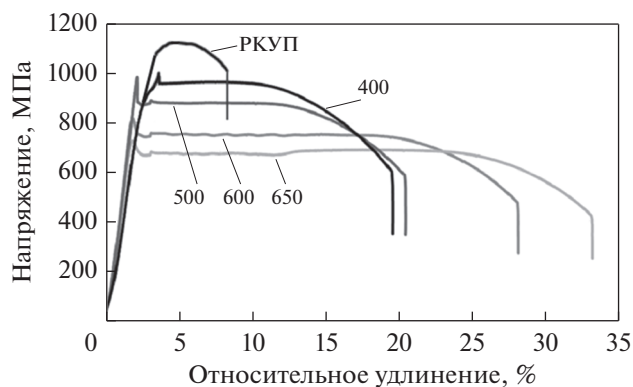


Рис. 5. Диаграммы растяжения образцов стали марки 35ХМ в улучшенном исходном состоянии после 6 циклов РКУП и нагрева.

зуба является следствием наложения двух факторов, затрудняющих старт и движение дислокаций. Первый фактор — это образование ультрамелкозернистой структуры, для которой характерно отсутствие участка значительного деформационного упрочнения. Второй — деформационное старение, т.е. выделение при нагреве после деформации дисперсных карбидных частиц по телу и границам зерен/субзерен α -фазы, которые выступают в роли барьеров к старту дислокаций при растяжении. Следовательно, отжиг при 300°C увеличивает предел текучести стали 35ХМ на 20%, по сравнению с деформированным состоянием.

Нагрев после деформации до 400°C незначительно изменяет характеристики прочности и пластичности стали 35ХМ по сравнению с отжигом при 300°C. Повышение температуры нагрева до 500°C приводит к дальнейшему снижению характеристик прочности. В результате этой обработки формируется зуб текучести наибольшей величины за счет того, что нижний предел текучести стали 35ХМ снижается сильнее, чем верхний предел текучести. Относительное удлинение изменяется и находится после такого вида обработки на уровне недеформированного состояния и составляет 21.5% (рис. 5). При этом предел текучести увеличивается на 70% по сравнению с исходным улучшенным состоянием.

Нагрев до 600 и 650°C при незначительном разупрочнении приводит к существенному увеличению характеристик пластичности. Нагрев до 600°C формирует уровень характеристик σ_B , δ , ψ , соответствующий исходному улучшенному состоянию, при этом предел текучести повышается за счет формирования зуба на диаграмме растяжения. Другими словами, характеристики прочности снижаются, а характеристики пластичности увеличиваются относительно деформированного состояния. При повышении температуры



Рис. 6. Изготовленные из стали марки 35ХМ футеровочные болты.

отжига до 650°C зуб на диаграмме растяжения сохраняется (рис. 5).

Протяженность участка равномерной пластической деформации по оси абсцисс мало изменяется после нагрева до температуры 200–400°C и значительно увеличивается после нагрева до температуры 600–650°C, после нагрева до 650°C она составляет более 25% (рис. 5). Это подтверждает тот факт, что после нагрева до температуры 500°C в структуре стали 35ХМ сохраняются области без признаков рекристаллизации, а нагрев до 600°C приводит к развитию процессов собирательной рекристаллизации, однако в стали 35ХМ сохраняется ультрамелкозернистая структура.

В условиях ТОО «Курлысмет» из сталей подвергнутых предварительной термической обработке улучшению и РКУП в шесть проходов, методом токарной обработки были изготовлены и испытаны футеровочные болты (бронболты) диаметром 8 мм (рис. 6). Данные болты применяются как основной элемент крепления защиты (футеровки) корпуса трубных и шаровых мельниц в горно-металлургическом комплексе. Перед токарной обработкой заготовки подвергали отжигу при $t = 200^\circ\text{C}$.

Испытания на растяжение показали, что болты, изготовленные из стали марки 35ХМ, имели класс прочности 12.9, $\sigma_B = 1205$ МПа. Для сопоставления в табл. 3 приведены требования к механическим свойствам бронболтов, изготовлен-

Таблица 3. Результаты испытаний механических свойств болтов из легированной стали, изготовленных по традиционной технологии

Марка стали	Класс прочности	σ_B , МПа	Твердость <i>HV</i>
35ХМ	8.8	800–820	242–318
40ХНМА	12.9	1200–1220	366–414

ных по традиционной технологии из разных марок конструкционной стали.

Приведенные данные свидетельствуют о том, что применение метода РКУП может существенно повысить класс прочности болтов, что достаточно сложно обеспечить традиционными методами обработки и без применения окончательной термической обработки. Такой результат объясняется деформационным измельчением структуры материала футеровочных болтов при предварительной термической обработке и РКУП по всему сечению изделия.

ВЫВОДЫ

1. Выявлено, что в стали марки 35ХМ независимо от исходной структуры (феррито-перлитная, мартенситная, сорбитная), в результате равноканального углового прессования в ступенчатой матрице при 400°C формируется феррито-перлитная структура. В ходе эксперимента структура стали марки 35ХМ со средним размером зерна 18 мкм в результате РКУП измельчилась в 30 раз, средний размер зерна составил 0.6 мкм.

2. Результаты исследования термостабильности стали с ультрамелкозернистой структурой позволяют предположить, что заготовки после предварительной обработки способом РКУП могут использоваться для выполнения последующих операций пластического деформирования, которые требуют нагрева. В этом случае, если температура нагрева не будет превышать 400°C, не теряя прочностных характеристик, приобретенных при обработке методом РКУП, можно повысить пластические свойства металла.

3. Рекомендуемой технологией для стали марки 35ХМ является: улучшение (закалка при $t = 850^\circ\text{C} +$ + высокий отпуск при $t = 550^\circ\text{C}$) – РКУП (6 проходов) при $t = 400^\circ\text{C}$ – низкий отпуск при $t = 200^\circ\text{C}$.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Рааб А.Г., Чукин М.В. Разработка нового метода интенсивной пластической деформации волочение со сдвигом // Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов: материалы XXI Уральской школы металловедов-термистов Магнитогорск. 2012. С. 20–21.
2. Мурашкин М.Ю., Бобрук Е.В., Кильмаметов А.Р., Валиев Р.З. Особенности структуры и механические свойства алюминиевого сплава 6061, подвергнутого обработке равноканальным угловым прессованием в параллельных каналах // ФММ. 2009. Т. 108. № 4. С. 439–447.
3. Kurapov G.G., Orlova E.P., Volokitina I.E., Turdaliev A. Plasticity as a physical-chemical process of deformation of crystalline solids // Journal of Chemical Technology and Metallurgy. 2016. V. 51. P. 451–457.
4. Валиев Р.З. Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура, свойства. М.: ИКЦ “Академкнига”, 2007. 398 с.
5. Утяшев Ф.З. Современные методы интенсивной пластической деформации: учеб. пособие. Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. Уфа: УГАТУ, 2008. 313 с.
6. Lezhnev S.N., Volokitina I.E., Volokitin A.V. Evolution of Microstructure and Mechanical Properties of Steel during Pressing–Drawing // Phys. Met. Metal. 2017. V. 118. № 11. P. 1167–1170.
7. Gazder A.A., Dalla Torre F., Gu C.F., Davies C.H., Pereloma E.V. Microstructure and Texture Evolution of bcc and fcc Metals Subjected to Equal Channel Angular Extrusion // Mater. Sci. Eng. A. 2006. V. 415. P. 126–139.
8. Valiev R.Z., Langdon T.G. Achieving exceptional grain refinement through severe plastic deformation: new approaches for improving the processing technology // Metal. Mater. Trans. A. 2011. V. 42 A. P. 2942–2951.
9. Nayzabekov A.B., Lezhnev S.N., Volokitina I.E. Change in copper microstructure and mechanical properties with deformation in an equal channel stepped die // Metal Sci. and Heat Treatment. 2015. V. 57. P. 3–5.
10. Астафурова Е.Г., Захарова Г.Г., Найденкин Е.В., Добаткин С.В., Рааб Г.И. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали 10Г2ФТ // ФММ. 2010. Т. 110. № 3. С. 275–284.
11. Коришунов А.И. Физико-механические свойства материалов после равноканального углового прессования. Особенности проявления: монография, Саратов, ФГУП РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2013. 258 с.
12. Хмелевская И.Ю., Карелин Р.Д., Прокошкин С.Д., Андреев В.А., Юсупов В.С., Перкас М.М., Просвирнин В.В., Шелест А.Е., Комаров В.С. Влияние квазинепрерывного равноканального углового прессования на структуру и функциональные свойства сплавов Ti–Ni с памятью формы // ФММ. 2017. Т. 118. № 3. С. 293–300.

13. Карькина Л.Е., Зубкова Т.А., Яковлева И.Л. Исследование дислокационной структуры цементита зернистого перлита после холодной пластической деформации // ФММ. 2013. Т. 114. № 3. С. 255–263.
14. Bratova V., Borodin E.N. Comparison of dislocation density based approaches for prediction of defect structure evolution in aluminium and copper processed by ECAP // Mater. Sci. Eng. A. 2015. V. 631. P. 10–17.
15. Kawasaki M., Horita Z., Langdon T.G. Microstructural Evolution in High Purity Aluminum Processed by ECAP // Mater. Sci. Eng. A. 2009. V. 631. P. 143–150.
16. Найзабеков А.Б., Андрященко В.А. Влияние кантовки образца на микроструктуру при РКУ-прессовании // VIII Всероссийская научно-практическая конференция с международным участием “Инновационные технологии и экономика в машиностроении”. Юрга; Россия, 2009. С. 72–76.
17. Lezhnev S., Volokitina I., Koinov T. Research of influence equal channel angular pressing on the microstructure of copper // J. Chem. Techn. Metal. 2014. V. 49. P. 621–630.
18. Naizabekov A., Lezhnev S., Panin E., Volokitina I. New combined technology of deformation “rolling-equal channel angular pressing”, allowing to obtain metals and alloys with sub-ultra-fine-grained structure /Allowing to Obtain Metals and Alloys with Sub-Ultra-fine-Grained Structure, Severe Plastic Deformation Techniques by Ed. Cabibbo M. InTech, 2017. P. 175–191.
19. Mishra A., Kad B.K., Gregori F., Meyers M.A. Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 13–28.