СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.3'293:539.89

# ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТА Си–Nb ПРИ КРУЧЕНИИ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ И ПОСЛЕДУЮЩЕМ ОТЖИГЕ

© 2020 г. Е. Н. Попова<sup>а, \*</sup>, И. Л. Дерягина<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия \*e-mail: popova@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 02.07.2020 г. После доработки 04.08.2020 г. Принята к публикации 11.08.2020 г.

Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии и измерения микротвердости исследована эволюция структуры многоволоконного *in-situ* композита Cu–18Nb, подвергнутого кручению под высоким давлением (КВД) на 1, 3 и 5 оборотов. Изучена термическая стабильность получаемой структуры при последующих отжигах в интервале температур 300–800°С. Сочетание многократного холодного волочения и КВД ведет к измельчению структуры почти на порядок величины зерна и позволяет получить равноосные зерна размерами 10–30 нм, что приводит к резкому повышению микротвердости (до 4800 МПа). При последующем отжиге нанокристаллическая структура сохраняется, и микротвердость остается на более высоком уровне, чем в композите, не подвергнутом КВД. Таким образом, сочетание многократного холодного волочения и кручения под высоким давлением обеспечивает существенное упрочнение и более высокую термическую стабильность композита по сравнению с ниобием и медью, наноструктурированными интенсивной пластической деформацией.

*Ключевые слова:* композиты Cu–Nb, кручение под высоким давлением, структура, термическая стабильность

**DOI:** 10.31857/S0015323020120098

#### введение

Наноструктурные материалы вызывают большой интерес исследователей во всем мире, поскольку они обладают более привлекательным комплексом свойств (высокая прочность в сочетании с хорошей пластичностью, повышенное сопротивление усталости и коррозии, низкотемпературная сверхпластичность) по сравнению с обычными поликристаллами [1–3]. В последние годы интенсивно изучаются возможности получения объемных наноструктурных материалов различными методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [4, 5], причем одним из первых и наиболее распространенных является кручение под высоким давлением (КВД) [6]. Этот метод позволяет проводить непрерывную деформацию материалов, даже хрупких и прочных, до очень высоких степеней в широком диапазоне температур [7-10].

При использовании интенсивной пластической деформации ограничением в измельчении структуры может служить динамическая рекристаллизация, а также наступление так называемой стадии насыщения, при которой увеличение степени деформации не приводит ни к дальнейшему измельчению структуры, ни к упрочнению материала [11]. На этой стадии плотность генерируемых дислокаций настолько велика, что их движение блокируется по всем имеющимся системам скольжения. и наступает равновесие между деформационным упрочнением и процессами возврата. Кроме того, важной проблемой в создании наноструктурированных материалов с особыми свойствами является низкая термическая стабильность получаемых структур, особенно в чистых металлах [12]. Одним из путей преодоления этих проблем может служить легирование, при котором изменяется энергия образования дефектов упаковки (ЭДУ) материала, механизм деформации, температурный интервал рекристаллизации [13].

Относительно новым направлением является применение комбинации разных способов ИПД (например, горячей экструзии или равноканального углового прессования — РКУП, с КВД) в виде одного гибридного процесса для получения более дисперсных и стабильных структур [14]. В рамках этого направления особое место занимает применение ИПД к композитам на основе меди, полученным прокаткой или волочением [15]. Композиты, в которых второй компонент (на-



**Рис. 1.** СЭМ-изображения структуры композита Cu–18Nb в исходном состоянии (а, б) и после КВД на 1 оборот (на середине радиуса образца) (в).

пример, Nb, Fe, Cr, Ag, W) обладает исключительно низкой растворимостью в матрице, при высоких степенях деформации становятся так называемыми микрокомпозитами с уникальными свойствами, в частности, с исключительно высокой прочностью при сохранении хорошей электропроводности [16]. Применение к ним дополнительной интенсивной пластической деформации (РКУП или КВД) позволяет расширить рамки наших представлений о наноструктурировании и стадии насыщения, о механическом легировании и взаимной диффузии, о термической стабильности и предельно достижимой прочности материалов.

Особое место среди композитов на основе меди занимают проводники Cu–Nb, поскольку они демонстрируют самые высокие прочностные характеристики при сохранении высокой электропроводности и находят применение при создании сверхпроводников на основе Nb<sub>3</sub>Sn [17]. Структура и свойства отдельных составляющих композита Cu–Nb – меди и ниобия – после кручения под высоким давлением изучены во множестве публикаций [18–22].

В настоящей работе была поставлена задача изучить эволюцию структуры многоволоконного композита Cu–Nb при КВД и последующем отжиге и провести сравнение с поведением его составляющих при аналогичной обработке.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА

Материалом для исследования послужил многоволоконный композит Cu–18Nb, разработанный и изготовленный во ВНИИНМ им. ак. А.А. Бочвара [23]. Он представляет собой пруток прямоугольной формы, с размерами поперечного сечения  $3 \times 5.8$  мм, состоящий из 600 *in situ* одноволоконных микрокомпозитов Cu–18Nb, размещенных в матрице из высокочистой меди. Истинная деформация при холодном волочении составила e = 12.5. Структура этого композита исследована нами в работе [24]. Для деформации методом КВД из этого прутка нарезали образцы толщиной 0.5 мм. Деформирование проводилось в открытых наковальнях Бриджмена диаметром 10 мм при комнатной температуре, на 1, 3 и 5 оборотов при давлении 6 ГПа, с угловой скоростью 0.3 об./мин. Для изучения термической стабильности полученной структуры образцы после КВД отжигались при температурах от 300 до 800°С с выдержкой 1 ч. Все отжиги проводились в вакууме, при давлении 10<sup>-2</sup>–10<sup>-3</sup> Па, в вакуумной трубчатой печи.

Структуру изучали методами сканирующей (на приборах Quanta-200 и Inspect F) и просвечивающей (на микроскопе JEM-200CX) электронной микроскопии.

Микротвердость измеряли с помощью специализированной приставки к оптическому микроскопу Neophot-21 и рассчитывали по формуле  $H = 18192P/L^2$  МПа, где P – вес нагрузки в граммах (50 г), а L – диагональ отпечатка в мкм. Каждое значение L рассчитывалось как среднее по всем отпечаткам (не менее 9). Погрешность измерения микротвердости составляла в среднем 2–3% и была не выше 5% при доверительной вероятности 0.95.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ОБСУЖДЕНИЕ

В исходном состоянии (перед КВД) образец имеет форму прямоугольника, состоящего из шестигранных стрендов композита Cu—Nb в медной матрице. Внутри стрендов отчетливо видны чередующиеся более светлые и темные кольца (рис. la). Согласно микроанализу, в светлых кольцах ниобиевые волокна расположены более плотно друг к другу. Сами Nb волокна в поперечных сечениях имеют причудливую изогнутую форму (рис. lб). Эта морфология наблюдалась в многочисленных исследованиях *in situ* композитов Cu—Nb и приписывается особенностям систем скольжения в ОЦК-ниобии и влиянию ГЦК-медной матрицы [17, 25, 26].



**Рис. 2.** Структура композита Cu–Nb после КВД на 1 (а) и 5 (б) оборотов: а, б – темнопольные изображения в рефлексах (111)<sub>Cu</sub> и (110)<sub>Nb</sub>; в – электронограмма.

При КВД прямоугольный образец сплющивается и приобретает форму круглого диска. При этом стренды сближаются, прослойка меди между ними становится тоньше и постепенно исчезает, а сами стренды закручиваются по направлению вращения наковальни (рис. 1в). После КВД на 1 оборот структура неоднородна по радиусу образца, что характерно для этого способа деформации и отмечалось во многих публикациях [6–10, 22]. После 1 оборота в центре образца стренды сплющены, но сохраняют форму многогранников, а по краям они вытянуты и закручены, а после 5 оборотов по всему сечению стренды закручены и прослойка меди между ними не видна.

Рассмотрим эволюцию тонкой структуры при КВД. После 1 оборота структура характеризуется высокой степенью неоднородности. Ближе к центральной части образца и на середине радиуса сохраняется ленточная форма Nb волокон, хотя наблюдается их фрагментация с образованием мелких зерен равноосной формы (рис. 2а). После трех оборотов структура становится значительно более однородной, и по всему сечению наблюдается смесь мелких (20-30 нм) равноосных зерен. Еще более однородная и дисперсная структура (с размерами зерен 10-20 нм) наблюдается после КВД на 5 оборотов (рис. 26). Электронограммы при этом состоят из дебаевских колец, соответствующих меди и ниобию, причем рефлексы располагаются близко друг к другу, делая кольца почти сплошными (рис. 2в).

Следует отметить, что межплоскостные расстояния для обеих фаз соответствуют табличным значениям, т.е., после КВД нет ни искажений решетки ниобия, ни образования аморфных областей, которые были обнаружены в исходном состоянии [24]. Не происходит и заметного растворения этих фаз друг в друге. Согласно [27], под действием КВД взаимная растворимость составляющих композита Cu–Nb увеличивается и достигает 1.5 ат. % Nb в Cu и 10 ат. % Cu в Nb, но, тем не менее, обе фазы сохраняются, в отличие от композита Cu–Fe, в котором при КВД образуется пересыщенный твердый раствор Fe в меди [28]. Поскольку дебаевские кольца  $(110)_{Nb}$  и  $(111)_{Cu}$  близко расположены друг к другу, то при съемке темнопольных изображений они вместе попадают в апертуру, и на темных полях в отражающее положение попадают зерна и меди, и ниобия.

Рассмотреть отдельно зерна той и другой фазы позволяет микроскопия высокого разрешения (рис. 3). Съемка была проведена В. Поповым Мл. на микроскопе Titan Themis 60–300 FEG-S/TEM [29, 30]. Зерна ниобия и меди имеют равноосную, почти сферическую форму, и приблизительно одинаковы по размерам, в то время как в исходном композите они значительно отличались. Зерна меди имели форму многогранников размерами 200–300 нм, и их огибали Nb прослойки причудливой формы, толщиной 30–40 нм [24]. После КВД зерна располагаются хаотично, без преимущественных взаимных ориентировок меди и ниобия (рис. 36).

Полученные в рассматриваемом композите размеры зерен (10–20 нм) на порядок величины меньше, чем достигаются этим методом при комнатной температуре в исходных чистых металлах, где они составляют по данным многих авторов 150–200 нм для меди [9, 31, 32] и 100–150 для ниобия [22, 33–35]. Столь существенное измельчение структуры должно сопровождаться значительным увеличением микротвердости. Действительно, микротвердость композита в исходном состоянии составляла 3200 МПа, и значения ее (на середине радиуса образца) увеличились до 3700, 4250 и 4800 МПа после 1, 3 и 5 оборотов КВД соответственно.

При создании материалов с особыми свойствами методами интенсивной пластической деформации важно не только создать однородную ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру с высоким уровнем прочности, но и обеспечить ее стабильность при повышенных температурах. Поэтому большое внимание уделяется поведению УМЗ-материалов при отжиге, то есть, изучению



**Рис. 3.** Структура композита Cu–Nb после КВД на 5 оборотов. Снимок в электронном микроскопе высокого разрешения: а – общий вид зерен; б – зерна ниобия и меди с разрешением плоскостей.

термической стабильности получаемой при ИПД структуры.

Эволюция структуры композита Cu-Nb при отжиге после КВД на 5 оборотов представлена на рис. 4. После отжига при 300°С структура практически не изменяется. Она по-прежнему представляет смесь очень мелких кристаллитов Cu и Nb, имеющих полиэдрическую форму. Можно отметить, что границы кристаллитов становятся несколько более четкими, что указывает на релаксашионные процессы. Небольшие изменения, а именно, небольшое увеличение размеров зерен наблюдается после отжига при 400°С, но полиэдрическая форма сохраняется. Начиная от 500°С, кристаллиты не только заметно увеличиваются в размерах, но и форма их изменяется (рис. 4а). Зерна ниобия приобретают сферическую форму и внедрены в медную матрицу, зерна которой попрежнему полиэдрические. На светлопольных изображениях зерна ниобия видны как темные круглые пятна на фоне более прозрачной медной матрицы, особенно после отжига при более высоких температурах (рис. 4б-4г). Размеры зерен заметно увеличиваются с повышением температуры отжига, но даже после отжига при 800°С и частицы Nb, и зерна Cu сохраняют размеры меньше 100 нм. Таким образом, даже после завершения рекристаллизации нанокристаллическая структура в композите Cu–Nb сохраняется, поскольку кристаллиты Nb и Cu препятствуют росту друг друга.

Что касается округлой формы зерен ниобия, то она наследуется от структуры композита, не подвергавшегося деформации КВД. Как отмечено выше, после холодного волочения волокна Nb в композите приобретают форму тонких изогнутых лент, а при отжиге структура их становится бамбуко-подобной, и в поперечном сечении они имеют округлую форму [24, 36, 37]. Возможные механизмы такой эволюции структуры композита при отжиге обсуждаются в [37]. Сфероидизация Nb происходит за счет разрушения поверхностей раздела Cu/Nb, а также за счет слияния смежных частиц Nb для уменьшения поверхностной энергии.



Рис. 4. Структура композита Cu-Nb после КВД на 5 оборотов и отжига при 500 (а); 600 (б); 700 (в) и 800°С (г).



Рис. 5. Микротвердость композита Cu–Nb после волочения (□) и КВД (■) в зависимости от температуры отжига.

Изменение микротвердости при отжиге композита Cu–Nb после волочения и после КВД сравнивается на рис. 5. Общий ход кривых практически одинаков. Небольшое понижения микротвердости наблюдается после отжига при 300°С, затем происходит заметное падение в интрвале 400– 700°С, и замедление падения при дальнейшем повышении температуры до 800°С.

Аналогичное трехступенчатое понижение микротвердости наблюдалось и в чистом ниобии, подвергнутом КВД [8, 33]. Первая стадия соответствует процессам возврата, при которых происходит понижение уровня внутренних упругих напряжений и уменьшение плотности дислокаций. На второй стадии происходит активная рекристаллизация со значительным увеличением размеров зерен. На третьей стадии происходит рост рекристаллизованных зерен. Хотя температурные интервалы этих стадий практически одинаковы в композите после волочения и после КВД, все же можно утверждать, что термическая стабильность структуры после КВД выше, поскольку, несмотря на резкое падение микротвердости, она остается на значительно более высоком уровне, чем у композита после волочения и отжига. Это соответствует и эволюции микроструктуры, которая, как показано выше, остается субмикрокристаллической даже после отжига при 800°С.

Таким образом, в композитах, состоящих из двух практически не растворимых друг в друге фаз, применение КВД после многократного холодного волочения позволяет дополнительно измельчить и стабилизировать нанокристаллическую структуру. Такие материалы демонстрируют существенное упрочнение и не теряют свои высокие прочностные характеристики при отжиге, когда у их составляющих в чистом виде происходит существенное огрубление структуры и потеря прочности.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано влияние кручения под высоким давлением на структуру многоволоконного *in situ* композита Cu-18Nb. Под действием КВД ленточная форма Nb волокон разрушается и образуется смесь равноосных зерен меди и ниобия с размерами 10-20 нм, т.е., на порядок величины более мелкими, чем у Cu и Nb, подвергнутым такой же деформации.

Столь существенное измельчение структуры сопровожлается увеличением микротвердости в полтора раза по сравнению с ее значением у композита после многократного холодного волочения с истинной деформацией 12.5. При отжиге после КВД рост зерен и понижение микротвердости наблюдаются в интервале температур 400- $800^{\circ}$ C, но, тем не менее, структура остается нанокристаллической, с размерами зерен меньше 100 нм, и микротвердость выше, чем в композите после волочения и аналогичного отжига. Таким образом, при сочетании холодного волочения и кручения под высоким давлением можно получить нанокристаллическую структуру, более дисперсную и термически стабильную, чем в композите после волочения и в чистых меди и ниобии, подвергнутых КВД.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП ИФМ УрО РАН, в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема "Давление" № АААА-А18-118020190104-3).

Авторы выражают благодарность А.В. Столбовскому за проведение обработки КВД.

# СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Zhu Y.T., Lowe T.C., Langdon T.G.* Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation // Scr. Mater. 2004. V. 51. № 8. P. 825–830.
- Kawasaki M., Langdon T.G. Principles of superplasticity in ultrafine-grained materials // J. Mater. Sci. 2007. V. 42. P. 1782–1796.
- Hohenwarter A., Kammerhofer C., Pippan R. The ductile to brittle transition of ultrafine-grained Armco iron: an experimental study // J. Mater Sci. 2010. V. 45. P. 4805–4812. https://doi.org/10.1007/s10853-010-4635-9
- Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M. J., Zhu Y.T. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation // JOM. 2006. V. 58. № 4. P. 33–39.

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ том 121 № 12 2020

- Estrin Y., Vinogradov A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // Acta Mater. 2013. V. 61. P. 782–817.
- Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // Prog. Mater. Sci. 2008. V. 53. P. 893–979.
- Пилюгин В.П., Гапонцева Т.М., Чашухина 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.
- Popov V.V., Popova E.N., Stolbovskiy A.V., Pilyugin V.P. Thermal stability of nanocrystalline structure in niobium processed by high pressure torsion at cryogenic temperatures // Mater. Sci. Eng. A. 2011. V. A 528. P. 1491–1496.
- Орлова Д.К., Чащухина Т.И., Воронова Л.М., Дегтярев М.В. Влияние температурно-скоростных условий деформации в наковальнях Бриджмена на формирование структуры в меди технической чистоты // ФММ. 2015. Т. 116. № 9. С.1001–1009.
- Рогачев С.О., Рожнов А.Б., Никулин С.А., Рыбальченко О.В., Горшенков М.В., Чжен В.Т., Добаткин С.В. Влияние режимов кручения под высоким давлением на структуру и упрочнение сплава Zr– 1% Nb // ФММ. 2016. Т. 117. № 4. С. 385–391.
- Pippan R., Scheriau S., Taylor A., Hafok M., Hohenwarter A., Bachmaier A. Saturation of fragmentation during severe plastic deformation // Ann. Rev. Mater. Res. 2010. V. 40. P. 319–343.
- Кузнецов П.В., Рахматулина Т.В., Беляева И.В., Корзников А.В. Энергия внутренних границ раздела как характеристика эволюции структуры ультрамелко-зернистых меди и никеля после отжига // ФММ. 2017. Т. 118. № 3. С. 255–262.
- Рыбин В.В., Золоторевский Н.Ю., Ушанова Э.А. Фрагментация кристаллов при наличии деформационного двойникования и динамической рекристаллизации // ФММ. 2015. Т. 116. № 7. С. 769–784.
- Bazarnik P., Huang Y., Lewandowska M., Langdon T.G. Enhanced grain refinement and microhardness by hybrid processing using hydrostatic extrusion and highpressure torsion // Mater. Sci. Eng. A. 2018. V. 712. P. 513–520.
- Krämer L., Wurster S., Pippan R. Deformation behavior of Cu-composites processed by HPT // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2014. V. 63. P. 012026 (9 pp).
- Pantsyrny V., Shikov A., Khlebova N., Drobishev V., Kozlenkova N., Polikarpova M., Belyakov N., Kukina O., Dmitriev V. The Nanostructured High Strength High Conductivity Cu Matrix Composites With Different BCC Metals Strengthening Filaments // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2010. V. 20. № 3. P. 1614–1618.
- Shikov A., Pantsyrnyi V., Vorobieva A., Khlebova N., Silaev A. High strength, high conductivity Cu–Nb based conductors with nanoscaled microstructure // Phys. C. 2001. V. 354. № 1–4. P. 410–414.
- 18. Edalati K., Fujioka T., Horita Z. Microstructure and mechanical properties of pure Cu processed by high-

pressure torsion // Mater. Sci. Eng. A. 2008. V. 497. P. 168–173.

- Чащухина Т.И., Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Покрышкина Д.К. Деформация и динамическая рекристаллизация в меди при разной скорости деформирования в наковальнях Бриджмена // ФММ. 2011. Т. 111. С. 315–324.
- Столбовский А.В., Попов В.В., Попова Е.Н., Пилюгин В.П. Структура, термическая стабильность и состояние границ зерен меди после кручения под давлением при криогенной температуре // Изв. РАН. Сер. физ. 2014. Т. 78. С. 1150–1159.
- Попов В.В., Попова Е.Н., Столбовский А.В., Пилюгин В.П., Архипова Н.К. Наноструктурирование Nb кручением под высоким давлением в жидком азоте и термическая стабильность полученной структуры // ФММ. 2012. Т. 113. № 3. С. 312–318.
- 22. Гапонцева Т.М., Дегтярев М.В., Пилюгин В.П., Чащухина Т.И., Воронова Л.М., Пацелов А.М. Влияние температуры деформации в наковальнях Бриджмена и исходной ориентировки на эволюцию структуры монокристаллического ниобия // ФММ. 2016. Т. 117. № 4. С. 349–362.
- 23. Pantsyrny V., Shikov A., Vorobieva A., Khlebova N., Kozlenkova N., Potapenko I., Polikarpova M. Stability Aspects of the High Strength High Conductivity Microcomposite Cu–Nb Wires Properties // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2006. V. 16. № 2. P. 1656–1659.
- Дерягина И.Л., Попова Е.Н., Валова-Захаревская Е.Г., Патраков Е.И. Структура и термическая стабильность высокопрочного композита Cu-18Nb в зависимости от степени деформации // ФММ. 2018. Т. 119. № 1. С. 99–108.
- Wang Y.L., Han K., Huang Y., Zhang K.Y. Microstructure in Cu–Nb microcomposites // Mater. Sci. Eng. A. 2003. V. 351. P. 214–223.
- Deng L., Han K., Hartwig K.T., Siegrist T.M., Dong L., Sun Z., Yang X., Liu Q. Hardness, electrical resistivity, and modeling of in situ Cu–Nb microcomposites // J. Alloys and Compounds. 2014. V. 602. P. 331–338.
- Ekiz E.H., Lach T.G., Averback R.S., Mara N.A., Beyerlein I.J., Pouryazdan M., Hahn H., Bellon P. Microstructural evolution of nanolayered Cu–Nb composites subjected to high-pressure torsion // Acta Mater. 2014. V. 72. P. 178–191.
- Quelennec X., Menand A., Le Breton J.M., Pippan R., Sauvage X. Homogeneous Cu–Fe supersaturated solid solutions prepared by severe plastic deformation // Phil. Mag. 2010. V. 90. № 9. P. 1179–1195.
- Lapovok R., Popov V.V., Qi Y., Kosinova A., Berner A., Xu C., Rabkin E., Kulagin R., Ivanisenko J., Baretzky B., Prokof'eva O.V., Sapronov A.N., Prilepo D.V., Beygelzimer Y. Architectured hybrid conductors: Aluminium with embedded copper helix // Mater. & Design. 2020. V. 187. P. 108398. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108398
- Qi Y., Kosinova A., Lakin E., Popov V.V. Jr., Rabkin E., Lapovok R. Effect of SPD Processing on the Strength and Conductivity of AA6061 Alloy // Adv. Eng. Mater.

2019. V. 21. P. 1801370. https://doi.org/10.1002/adem.201801370

- Vorhauer A., Scheriau S., Pippan R. In-situ Annealing of Severe Plastic-Deformed OFHC Copper // Metal. Mater. Trans. A. 2008. V. 39A. P. 908–918.
- Popov V.V., Stolbovsky A.V., Popova E.N., Pilyugin V.P. Structure and thermal stability of Cu after severe plastic deformation // Def. Diff. Forum. 2010. V. 297–301. P. 1312–1321.
- 33. Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Чащухина Т.И. Шинявский, Д.В., Левит В.И. Рекристаллизация ниобия с субмикрокристаллической структурой при нагреве выше и ниже температуры термоактивируемого зарождения // ФММ. 2016. Т. 117. № 11. С. 1154–1162.
- Popov V.V., Popova E.N., Stolbovsky A.V., Pilyugin V.P. The structure of Nb obtained by severe plastic deformation and its thermal stability // Mat. Sci. Forum. 2011. V. 667–669. P. 409–414.
- Popov V.V., Popova E.N., Stolbovskiy A.V. Nanostructuring Nb by various techniques of severe plastic deformation // Mat. Sci. Eng. A. 2012. V. 539. P. 22–29.
- Sandim H.R.Z., Sandim M.J.R., Bernardi H.H., Lins J.F.C., Raabe D. Annealing effects on the microstructure and texture of a multifilamentary Cu–Nb composite wire // Scripta Mater. 2004. V. 51. P. 1099–1104.
- Deng L., Wang B., Han K., Niu R., Xiang H., Hartwig K.T., Yang X. Response of microstructure to annealing in in situ Cu–Nb microcomposite // J. Mater. Sci. 2019. V. 54. P. 840–850.