

Сочетание криогенной деформации и электроимпульсной обработки как способ получения ультрамелкозернистых металлов

© 2023

*Маркушев Михаил Вячеславович**, доктор технических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией
Автократова Елена Викторовна, кандидат технических наук, старший научный сотрудник
*Валеева Айгуль Хамматовна*¹, кандидат технических наук, научный сотрудник
*Валеев Иршат Шамилович*², кандидат технических наук, научный сотрудник
*Ильясов Рафис Раисович*³, младший научный сотрудник
*Крымский Станислав Вацлавович*⁴, кандидат технических наук, заведующий лабораторией
Ситдииков Олег Шамилович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник
Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа (Россия)

*E-mail: mvmark@imsp.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4305-4538>

²ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-5162-7324>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0195-1206>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1534-3239>

Поступила в редакцию 15.08.2023

Принята к публикации 01.12.2023

Аннотация: Проведен сравнительный анализ структуры и твердости чистых металлов с гранцентрированной кубической решеткой – алюминия, никеля и меди, подвергнутых комплексной термомеханической обработке (ТМО), включавшей изотермическую криогенную прокатку при температуре жидкого азота и последующую электроимпульсную обработку (ЭИО) токами высокой плотности. Рассмотрены основные этапы, особенности и преимущества ТМО, обеспечивающие сначала сильный наклеп обрабатываемого материала за счет деформации при отрицательных температурах, а затем его сверхбыстрый контактный электроимпульсный нагрев до заданной температуры. С использованием современных методов сканирующей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа проведено многоуровневое исследование структуры металлов после основных этапов ТМО с фиксацией широкого спектра ее линейных и угловых параметров. Выявлены кинетика и природа процессов трансформации структуры металлов при криопробатке и ЭИО, их движущая сила и контролирующие факторы, а также общие закономерности и температурные интервалы активации возврата и рекристаллизации деформационной структуры под воздействием электроимпульса. На основе результатов анализа структурно-механического поведения металлов сделан вывод о том, что сочетание большой пластической криогенной деформации с последующей однократной обработкой ультракороткими импульсами переменного тока является эффективным способом получения полуфабрикатов с регламентированными параметрами их структуры и свойств, в т. ч. высокопрочного ультрамелкозернистого проката. При этом феноменология и природа упрочнения/разупрочнения металлов при криогенной прокатке и последующей обработке импульсами тока аналогичны наблюдающимся при холодной прокатке и печном отжиге.

Ключевые слова: ГЦК-металлы; криогенная деформация; криогенная прокатка; электроимпульсная обработка; ультрамелкозернистая структура.

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук».

Экспериментальные исследования были выполнены на базе Центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Для цитирования: Маркушев М.В., Автократова Е.В., Валеева А.Х., Валеев И.Ш., Ильясов Р.Р., Крымский С.В., Ситдииков О.Ш. Сочетание криогенной деформации и электроимпульсной обработки как способ получения ультрамелкозернистых металлов // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 4. С. 53–62. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-5.

ВВЕДЕНИЕ

Разработка эффективных промышленных методов повышения эксплуатационных свойств металлов и сплавов за счет контролируемых деформационных и термических воздействий на них, приводящих в том числе к уменьшению размеров кристаллитов (зерен и субзерен) до наноразмеров [1–3], является актуальной задачей современного материаловедения. К таким методам можно отнести термомеханическую обработку (ТМО), основан-

ную на сочетании криогенной прокатки (КП) и последующей электроимпульсной обработки (ЭИО) [4–6] и обеспечивающую как минимум формирование в обрабатываемом материале ультрамелкозернистой (УМЗ) (с размером зерна менее 10 мкм) структуры.

В настоящее время влияние снижения температуры при переходе от холодной (при комнатной температуре) к криогенной (при температуре 120 К и ниже) деформации на структуру и механическое поведение металлических материалов изучено достаточно полно.

В основном под ним понимают их дополнительное упрочнение за счет подавления динамического возврата и увеличения плотности дислокаций [7–9]. Кроме того, в ряде работ, например в [9–11], упрочнение также связывают с измельчением кристаллитов.

В то же время эффект от воздействия электрического тока на деформационную структуру металлов и сплавов изучен в значительно меньшей степени, особенно при использовании кратковременных импульсов тока высокой плотности [12] и применительно к криодеформированному материалу. В большинстве работ в этой области экспериментировали с постоянным током, причем при его длительном (до нескольких часов) воздействии [13; 14]. Проведение таких работ было обусловлено прежде всего потребностью в изучении особенностей влияния контактного электронагрева на структурно-механическое поведение объектов при их непосредственной деформационной обработке, а также поиском менее затратной альтернативы их бесконтактному (печному, индукционному) нагреву. К основному результату такого рода исследований можно отнести убедительную демонстрацию высокой эффективности при использовании электронагрева заготовок под деформацию и при постдеформационной термообработке [13; 14]. В работах [15–17] был описан так называемый электропластический эффект, «облегчающий» процесс пластического течения металла при непосредственном воздействии на него электрического тока, а также предложены варианты трактовки его природы.

В результате немногочисленных исследований, в которых реализовали кратковременное электроимпульсное воздействие, было установлено, что активация процессов возврата, полигонизации и рекристаллизации [18] в предварительно деформированных металлических материалах улучшает ряд их технологических свойств [15; 19; 20]. Причина очевидна – уменьшение прочности и повышение пластичности за счет снижения дефектности структуры и увеличения ее дисперсности [2; 18]. Однако в литературе имеется информация и о противоположных тенденциях изменений структуры, свидетельствующих о разнонаправленности эффекта ЭИО на структуру и свойства материалов. Например, в [21] отмечено подавление рекристаллизации в сталях при ЭИО.

Бытует мнение, что разупрочнение предварительно нагартованного материала при электроиндукционном нагреве сопровождается так называемым эффектом «электронного ветра» [22], способствующим увеличению подвижности дислокаций и ускоренному образованию центров рекристаллизации. Если последнее явление можно объяснить в рамках классических представлений о влиянии скорости нагрева на зародышеобразование при рекристаллизации [18], то природа первого до сих пор не имеет четкой физической интерпретации. К другой характерной особенности ЭИО относим скин-эффект [20; 22]. Он обусловлен неравномерным распределением электрического и теплового потоков внутри и на поверхности заготовки (проводника) под воздействием электрического импульса. В результате структура, сформированная на поверхности, может заметно отличаться от структуры внутри заготовки. При этом степень разнородности и глубина приповерхностного слоя напрямую зависят от природы обрабаты-

ваемого материала, формы и площади поперечного сечения проводника, а также от параметров ЭИО, в частности от энергии импульса [20; 22].

Исходя из общих соображений, ТМО, основанная на комбинации КП и ЭИО, должна быть наиболее востребована и эффективна для чистых металлов и твердых растворов. Причина заключается в том, что в таких объектах отсутствуют дисперсные частицы вторых фаз, которые выступают в качестве основного фактора ограничения перестройки в них дислокаций и роста (миграции границ) кристаллитов [18]. При ТМО металлов и твердых растворов их структурирование контролируется дислокационными реакциями, которые зачастую определяются энергией дефекта упаковки (ЭДУ). В наших предыдущих работах [23–26] уже был проведен анализ и частично опубликованы данные о феноменологии и характере структурно-механического поведения различных чистых ГЦК-металлов, подвергнутых прокатке до больших степеней при температуре жидкого азота и последующей однократной ЭИО с различными интегральными плотностями тока. При этом в отмеченных публикациях анализ полученных результатов был выполнен отдельно для каждого металла, и общая картина изменений их структуры и свойств, протекающих при ТМО, не была представлена.

Цель работы – дополнить опубликованные данные, выявить общие закономерности и обсудить характер структурно-механического поведения трех ГЦК-металлов – Al, Cu и Ni при криогенной прокатке и последующей электроимпульсной обработке с учетом различий в их температуре плавления и величине энергии дефекта упаковки.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материалов исследования использовали Al (99,99 %), Ni (99,5 %) и Cu (99,99 %). Криогенную деформацию до суммарной степени 90 % ($\epsilon=2,3$) полос, вырезанных из кованных и отоженных крупнозернистых заготовок, проводили на лабораторном изотермическом шестивалковом прокатном стане с диаметром съемных рабочих валков 64 мм. Изотермические условия прокатки обеспечивали предварительным охлаждением рабочих валков и заготовок в ванне с жидким азотом в течение 1 ч. Деформированные заготовки охлаждали после каждого прохода, а валки – после 4–5 проходов. Критерием достижения необходимой температуры служило отсутствие кипения азота. При этом гомологическая температура деформации составила около 0,05 для Ni, 0,06 для Cu и 0,08 для Al. Степень деформации за проход не превышала 7 % при скорости прокатки порядка 100 мм/с. Прокатанные полосы хранились в морозильной камере при температуре -18°C . Длительность их вылеживания при комнатной температуре при выполнении последующего этапа ТМО, а также работ по изготовлению объектов и анализу структуры и свойств металлов фиксировали с целью контроля степени их разупрочнения, вызванного отжигом при комнатной температуре.

ЭИО проводили на установке МИУ-20 на плоских образцах с рабочей частью 3×4 мм, вырезанных на электроискровом станке из криокатанных полос толщиной 0,4 мм вдоль направления их прокатки. Выбранная

толщина гарантировала отсутствие скин-эффекта в рабочей зоне образцов из всех металлов и равномерное распределение тепловых и электрических потоков по их сечению. Образцы фиксировали в зажимах, служивших тоководами при разряде батареи конденсаторов. Импульс тока регистрировали с помощью пояса Роговского и запоминающего осциллографа АКТАКОМ АСК-3107. За критерий энергии импульса принимали интегральную плотность тока K_j , которую рассчитывали по следующей формуле [22]:

$$K_j = \int_0^{\tau} j^2 d\tau = \frac{k^2}{S^2} \cdot \frac{A_1^3}{A_2} \cdot \frac{\tau}{4 \ln(A_1 / A_3)},$$

где j – плотность тока;

τ – длительность импульса;

k – коэффициент пояса Роговского;

S – площадь поперечного сечения образца;

A_1 , A_2 и A_3 – первая, вторая и третья амплитуды затухающего импульса соответственно.

При ЭИО нагрев образца осуществлялся согласно закону Джоуля – Ленца. При этом вследствие импульсного характера термoeлектрического воздействия ($\sim 10^{-4}$ с) достоверный замер температуры нагрева (T_n) представлял непростую техническую задачу. В связи с этим, как было рекомендовано в [22], такую температуру определяли расчетным методом, приняв, что

$$\frac{j^2}{\sigma_e} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t},$$

где ρ , c , σ_e – плотность, теплоемкость и электропроводимость обрабатываемого металла соответственно.

Интегрируя это уравнение, получали зависимости расчетной температуры нагрева металлов от интегральной плотности тока импульса.

Микроструктуру металлов анализировали в плоскости прокатки методом EBSD с использованием сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMN и программного комплекса HKL Channel 5. Картины дифракции индентировали по 6 Кикучи-линиям при шаге сканирования не более 0,5 мкм. В качестве критерия разделения на мало- и высокоугловые границы (МУГ и ВУГ) использовали угол разориентировки 15° . Размеры зерен и субзерен (d_3 и $d_{сз}$) определяли методом эквивалентного диаметра. Средний угол разориентировки межкристаллитных границ (Θ_{cp}) и долю высокоугловых и двойниковых границ ($F_{вуг}$ и F_{Σ}) определяли по спектрам разориентировок границ. При этом границы с $\Theta < 2^\circ$ в расчет не принимались. Долю рекристаллизованных зерен ($F_{рек}$) определяли как отношение занимаемой ими площади к площади карты.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили на дифрактометре ДРОН-4-07 в Си-Ка-излучении при напряжении 40 кВ и токе 30 мА с длиной волны $\lambda = 1,54418 \text{ \AA}$. Съемку осуществляли при вращающемся образце сканированием с шагом $0,1^\circ$ и временем экспозиции 4 с, используя графитовый монохроматор на дифрагированном пучке. Среднеквадратичную микродеформацию кристаллической решетки ($\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) и размер

областей когерентного рассеяния (D) рассчитывали методом полнопрофильного анализа в программном комплексе MAUD. Плотность дислокаций (ρ) определяли как

$$\rho = \frac{2\sqrt{3} \langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}}{D \times b},$$

где b – вектор Бюргерса.

Прочность металлов оценивали по уровню микротвердости, определяемому по методу Виккерса по 10 измерениям на твердомере MVDM 8 AFFRY при нагрузках 1 и 0,5 Н и длительности их приложения 10 с в центральной части прокатанных полос и образцов, подвергнутых ЭИО.

Анализ структуры и оценку твердости металлов проводили в лабораторных условиях. При этом суммарная длительность нахождения криокатанных образцов при комнатной температуре, потребовавшаяся для изготовления объектов (образцов для ЭИО) и непосредственного их структурно-механического анализа, не превышала 24 ч.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В таблицах 1 и 2 приведены результаты оценки линейных и угловых параметров структуры Al, Cu и Ni, а также их твердости, зафиксированные после криопротекции и ЭИО с различной интегральной плотностью тока. Полученные данные дают возможность сделать заключение о том, что реализованная схема ТМО позволяет эффективно контролировать процессы трансформации деформационной структуры всех исследованных металлов, сравнительно легко изменять ее тип и параметры и, что особенно важно, обеспечивать достижение ее основной цели. А именно – получать листы в трех основных структурных состояниях: 1) с развитой дислокационно-ячеистой структурой с нанометрическим размером ячеек; 2) с однородной УМЗ структурой с размером зерна 1–3 мкм; 3) с «промежуточной» композитной структурой с контролируемыми/регламентируемыми плотностью дислокаций и соотношениями основных компонент, как и мало- и высокоугловых границ.

Как и следовало ожидать, по причине наименьшей температуры плавления (наибольшей гомологической температуры КП) наименее дисперсную (с наибольшими размерами кристаллитов) структуру обоих типов фиксировали в алюминии (таблица 1). Такой результат был обусловлен формированием при криопротекции наименее развитой и наиболее грубой ячеистой структуры с интегральной плотностью дислокаций почти на порядок меньше, чем в других металлах (таблица 2). Другим обратившим на себя внимание фактом являлось то, что с ростом энергии импульса (температуры нагрева) при ЭИО твердость криокатанных металлов заметно снижалась, и наблюдавшееся в исследованном интервале интегральных плотностей тока почти двукратное их разупрочнение было обусловлено преимущественно активацией рекристаллизационных процессов (см. изменения $F_{рек}$ и $F_{вуг}$ в таблице 1 и плотности дислокаций в таблице 2).

Таблица 1. Параметры структуры криокатаных до 90 % и подвергнутых однократной ЭИО с различной энергией импульса металлов по данным EBSD-анализа
 Table 1. EBSD data on metals structure parameters after cryorolling to 90 % and further single electropulsing with different energies

Металл	Состояние	K_j $10^4 \text{ A}^2\text{c}/\text{мм}^4$	T_n , К	$T_n/T_{пл}$	$d_{сз}$, мкм	d_s , мкм	$F_{рек}$, %	$\Theta_{ср}$, град	$F_{выг}$, %	F_{Σ} , %
Al	КП	–	293	0,31	2,0±0,3	4,0±0,4	3	7	11	–
	ЭИО	1,0	398	0,42	2,0±0,4	4,0±0,8	6	16	23	–
		1,2	423	0,45	5,0±0,3	19,0±1,1	66	31	76	–
		2,9	623	0,67	14,0±0,5	53,0±1,3	76	32	74	–
Ni	КП	–	293	0,17	0,2±0,1	2,5±0,5	3	7	7	<1
	ЭИО	1,0	573	0,33	1,3±0,2	1,9±0,4	5	5	4	44
		1,1	593	0,34	2,8±0,6	3,2±0,6	92	47	92	42
		1,6	943	0,55	4,4±1,0	4,7±0,9	95	48	92	41
Cu	КП	–	293	0,20	0,3±0,1	0,7±0,2	15	17	33	2
	ЭИО	3,5	513	0,38	0,4±0,1	0,9±0,1	37	21	42	5
		3,8	573	0,42	0,8±0,2	1,0±0,2	86	39	79	22
		6,8	923	0,68	1,2±0,2	1,3±0,3	96	43	88	30

Примечание. K_j – интегральная плотность тока; $T_n/T_{пл}$ – температура нагрева/плавления; d_s и $d_{сз}$ – размер зерна и субзерна соответственно; $F_{рек}$, $F_{выг}$ и F_{Σ} – доля рекристаллизованных зерен, высокоугловых границ и двойниковых границ соответственно; $\Theta_{ср}$ – средний угол разориентировки межкристаллитных границ.

Note. K_j is integral current density; $T_n/T_{пл}$ is heating/melting temperature; d_s and $d_{сз}$ are grain and subgrain size, respectively; $F_{рек}$, $F_{выг}$ and F_{Σ} are fraction of recrystallized grains, high-angle boundaries and twin boundaries, respectively; $\Theta_{ср}$ is average angle of grain boundary misorientation.

Несмотря на различия в типах и параметрах структуры и в уровне прочности металлов, зафиксированных на различных стадиях ТМО, отмечалась общность в их поведении при ЭИО. Так, качественно подобными оказались зависимости твердости всех криокатаных металлов от гомологической температуры их нагрева (рис. 1). Эти зависимости состоят из трех характерных температурных областей, свидетельствующих о схожей по природе и кинетике стадийности развития термоактивируемых процессов при электроимпульсном воздействии. В первой области деформационные структуры были относительно стабильны и максимально сохраняли упрочняющий эффект, зафиксированный после прокатки. Во второй и третьей областях металлы разупрочнялись. При этом во второй области отмечали интенсивное разупрочнение, происходящее в узком температурном интервале, а в третьей области – слабое разупрочнение, приводящее к практически полной потере криокатаных металлами деформационного и структурного (за счет измельчения кристаллитов) упрочнения.

Примечательно, что для всех трех металлов границы между отмеченными областями были достаточно близки, хотя параметры их деформационной структуры и уровень энергии дефекта упаковки были различными. Так, деформационная структура Ni сохранялась после ЭИО вплоть до температуры нагрева образца до 0,33 $T_{пл}$ при

его ЭДУ порядка 90 мДж/м², Cu – до 0,38 $T_{пл}$ при ЭДУ порядка 70 мДж/м² и Al – до 0,42 $T_{пл}$ при ЭДУ порядка 200 мДж/м². Уточним, что величины ЭДУ металлов приведены по усредненным значениям, опубликованным в [27–29]. Интенсивное разупрочнение Ni завершилось к 0,36 $T_{пл}$, Cu и Al – к 0,42–0,45 $T_{пл}$. Эти данные, на первый взгляд, свидетельствовали об отсутствии влияния ЭДУ на структурно-механическое поведение металлов при ТМО. Однако в реальности этот эффект имел место в виде структурных проявлений процессов накопления внутренних напряжений при прокатке и их релаксации при ЭИО. Так, при прокатке алюминия наибольший уровень его ЭДУ способствовал наименьшему накоплению дислокаций и искажений решетки среди исследованных металлов вследствие наиболее легкого динамического возврата. А при ЭИО этот же фактор обеспечил в алюминии развитие полигонизации, предшествующей рекристаллизации, в то время как в меди и никеле отмечали активное двойникование, придавшее новым рекристаллизованным зернам меньший размер за счет меньшей подвижности двойниковых границ.

Из данных в таблице 2 также следует, что максимальная по величине энергия деформации была запасена в никеле, гомологическая температура прокатки которого была наименьшей, а уровень ЭДУ был близок

Таблица 2. Параметры структуры по данным РСА и твердость криокатаных до 90 % и подвергнутых однократной ЭИО с различной энергией импульса металлов
Table 2. XRD data on structure parameters and hardness of metals after cryorolling to 90 % and further single electropulsing with different energies

Металл	Состояние	K_j , $10^4 \text{ A}^2\text{c}/\text{мм}^4$	T_n , К	$T_n/T_{пл}$	ρ , 10^{14} м^{-2}	$\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$, %	D , нм	HV
Al	КП	–	293	0,31	0,5	0,060±0,001	340±4	49±5
	ЭИО	1,0	398	0,42	<0,01	0,014±0,003	156±2	49±4
		1,2	423	0,45		96±3	31±4	
		2,9	623	0,67		123±4	26±5	
Ni	КП	–	293	0,17	3,5	0,165±0,002	68±4	246±8
	ЭИО	1,0	573	0,33	0,2	0,116±0,001	75±3	242±7
		1,1	593	0,34	<0,01	0,001±0,001	129±2	101±8
		1,6	943	0,55			141±2	91±9
Cu	КП	–	293	0,20	4,5	0,186±0,004	57±2	152±7
	ЭИО	3,5	513	0,38	3,2	0,111±0,005	48±2	143±8
		3,8	573	0,42	<0,1	0,001±0,001	67±4	96±7
		6,8	923	0,68			100±4	81±8

Примечание. K_j – интегральная плотность тока; $T_n/T_{пл}$ – температура нагрева/плавления;
 ρ – плотность дислокаций; $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ – среднеквадратичная микродеформация кристаллической решетки;
 D – размер областей когерентного рассеяния.
 Note. K_j is integral current density; $T_n/T_{пл}$ is heating/melting temperature; ρ is dislocation density;
 $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ is root-mean-square microstrain of crystal lattice; D is coherent domain size.

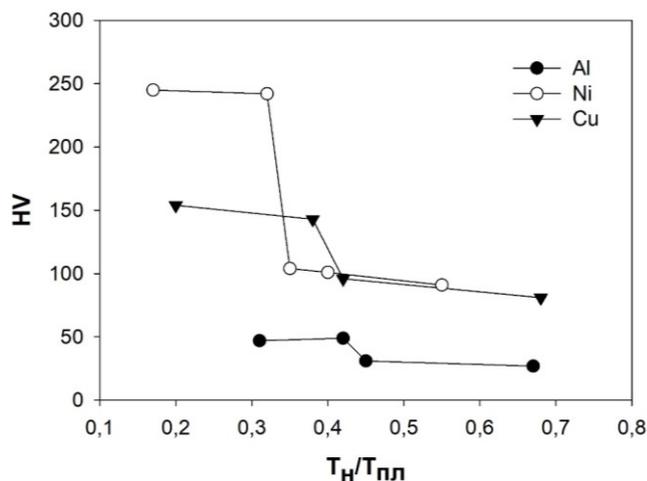


Рис. 1. Изменения твердости криокатаных металлов, вызванные отжигом при комнатной температуре и ЭИО с нагревом до температуры T_n
Fig. 1. Changes in hardness of cryorolled metals after room temperature annealing and further heating to a T_n temperature due to electropulsing

к меди. Поэтому для активизации в никеле рекристаллизации потребовалась обработка с минимальной для трех металлов энергией импульса. В результате после ЭИО даже с энергией всего $K_f=1,1 \times 10^4 \text{ A}^2\text{c}/\text{мм}^4$ в никеле удалось зафиксировать близкую по степени дисперсности к меди зеренную структуру, причем обработанную импульсом тока с интегральной плотностью почти в 4 раза больше (таблица 1). В то же время следует отметить, что ЭИО меди с $K_f=3,5 \times 10^4 \text{ A}^2\text{c}/\text{мм}^4$ не привела к значимым изменениям линейных параметров структуры и твердости при одновременном увеличении доли ВУГ и рекристаллизованных зерен на фоне двукратного уменьшения внутренних искажений решетки. При этом гомологическая температура прокатки меди была чуть выше и занимала промежуточное положение среди исследованных металлов, а ее ЭДУ была чуть меньше, чем в никеле. Структурные изменения при ЭИО, выявленные в меди, были обусловлены большей интенсивностью статических процессов возврата и рекристаллизации, приведшей к более значимому повышению равновесности структуры и к существенной компенсации разупрочняющего эффекта упрочняющим, вызванным образованием зерен субмикронного размера. Другими словами, причиной менее интенсивного разупрочнения криопрокатанной меди в этой области ЭИО, вероятно, было более активное образование и совершенствование структуры ультрамелких кристаллитов и их границ. При увеличении плотности тока до $K_f=3,8 \times 10^4 \text{ A}^2\text{c}/\text{мм}^4$ запасенная энергия деформации (и твердость) меди, аналогично никелю и алюминию, резко уменьшалась вследствие превращения субзеренной структуры в частично рекристаллизованную со значительно подросшими субзернами (таблица 1). Для такой структуры также было характерно практически полное нивелирование микрорискажений решетки за счет снижения плотности дислокаций до равновесного уровня (таблица 2). Дальнейшее увеличение энергии импульса при переходе в третий температурный интервал ЭИО приводило к прохождению рекристаллизации в полном объеме обрабатываемых материалов, сопровождавшемуся последующим нормальным ростом рекристаллизованных зерен (таблица 1), успевающим произойти даже при чрезвычайно малом времени воздействия электрического тока.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Обобщенный характер поведения криодеформированных металлов при ЭИО можно представить следующим образом. В первой температурной области основным механизмом преобразования их структуры был статический возврат, который приводил к снижению дефектности деформационной структуры и ее совершенствованию. Наряду с возвратом локально развивалась и статическая рекристаллизация, которая превалировала во втором интервале температур. В результате при нагреве нагартованных металлов в этом интервале их неравновесная, преимущественно дислокационно-ячеистая структура практически полностью заменялась равновесной структурой зеренного типа, что сопровождалось снижением их прочности почти до уровня недеформированного металла. В третьей области наблюдали укрупнение зерен их нормальным ростом,

приводившим к дальнейшему разупрочнению металлов вследствие потери эффекта Холла – Петча от измельчения рекристаллизованного зерна [18].

В отличие от непрерывной статической рекристаллизации, наблюдаемой при печном отжиге сильно деформированных при комнатной температуре металлов [2; 18], при ЭИО в диапазоне 0,3–0,4 $T_{пл}$ основным процессом преобразования деформационной структуры криокатаных металлов являлся переходный процесс от совершенствования структуры по типу *in situ*, контролируемый возвратом, к нормальному росту зерен. Резкое падение твердости на границе первой и второй температурных областей на рис. 1 было обусловлено двумя основными причинами. С одной стороны, активизировался рост отдельных наноразмерных кристаллитов, образовавшихся при прокатке, которые потенциально могли служить центрами рекристаллизации. С другой стороны, из-за структурной неоднородности, присущей деформированному состоянию, и различной кинетики рекристаллизации в каждом отдельном зерне зерна, образовавшиеся *in situ* в деформированной структуре, приобретали потенциал ускоренного роста. Когда же энергия импульса / температура нагрева при ЭИО достигала определенного порогового уровня, часть зерен оказывалась свободной от дефектов, что активизировало их рост, в то время как соседние зерна оставались «заняты» дислокациями высокой плотности и могли претерпевать полигонизацию или двойникование. Такой рост зерен являлся результатом миграции их границ, которая происходила под действием движущих сил, вызванных предшествующей деформацией. В процессе миграции границы растущих зерен поглощали дефекты кристаллического строения (вакансии, дислокации и другие границы) [18], что приводило к уменьшению внутренней энергии системы и, как следствие, к снижению уровня прочности металла, достигнутого при прокатке.

Необходимо также отметить, что границы новых зерен, сформировавшихся в результате большой низкотемпературной деформации, обладали повышенной удельной энергией и, соответственно, способностью к более быстрой миграции при ЭИО. В отличие от таких границ, низкоэнергетические малоугловые границы как динамически, так и статически сформированных ячеек обладали меньшей подвижностью. В результате при низких энергиях / температурах нагрева преимущественно имела место миграция границ рекристаллизованных зерен в сторону деформированной матрицы. При более же высоких энергиях, а именно после исчезновения деформированной структуры (окончания перехода от процессов полигонизации и рекристаллизации к нормальному росту зерен), границы зерен продолжали мигрировать под действием движущей силы, вызванной уменьшением локального радиуса их кривизны, что сопровождалось увеличением размеров зерен вследствие их нормального роста [18].

На основании сказанного и приняв во внимание результаты ряда работ [5; 10; 18; 26], можно заключить, что процессы, происходящие при ЭИО криокатаных ГЦК-металлов, близки к процессам, происходящим при статическом отжиге холоднодеформированных материалов: статическому возврату, непрерывной статической рекристаллизации и росту зерна. При этом кратковременность (импульсный характер) теплового воздействия

на деформированный металл при ЭИО компенсировалась высокой внесенной энергией. Поскольку возврат и статическая рекристаллизация контролируются самодиффузией [18; 30], то, согласно закону Аррениуса, даже незначительное повышение температуры/энергии ЭИО должно было приводить к ощутимому увеличению скорости этих процессов и, следовательно, к уменьшению времени их завершения, что мы и наблюдали в эксперименте.

Таким образом, полученные нами данные не могут указывать ни на наличие, ни на отсутствие эффекта «электронного ветра», который мог оказать заметное влияние на структурно-механическое поведение криокатанных ГЦК-металлов при ЭИО токами высокой плотности. Все полученные и обсуждаемые в настоящей работе экспериментальные результаты объяснимы с известных, классических позиций, разработанных для холоднодеформированных материалов, подвергаемых отжигу без воздействия электрического тока.

ВЫВОДЫ

1. Термомеханическая обработка, основанная на сочетании большой пластической деформации при криогенных температурах и последующей электроимпульсной обработки токами высокой плотности, является эффективным способом получения листов из чистых ГЦК-металлов с контролируемыми параметрами структуры и прочности, в т. ч. с однородной УМЗ рекристаллизованной структурой с размером зерна 1–3 мкм и с развитой дислокационно-ячеистой структурой с нанометрическим размером ячеек.

2. Процессы разупрочнения криокатанных ГЦК-металлов при электроимпульсном воздействии токами высокой плотности сходны по своей природе и кинетике и характеризуются наличием четко выраженных трех интервалов энергий / температур нагрева. В первом из них ЭИО практически не сказывается на уровне твердости металла после криопротекции с большими степенями. Во втором, начинающемся с определенного порогового значения интегральной плотности тока K_j , соответствующего расчетной температуре, равной $0,33 T_{пл}$ для никеля, $0,38 T_{пл}$ для меди и $0,42 T_{пл}$ для алюминия, их твердость существенно снижается по причине активации процессов статической рекристаллизации деформационной структуры. При превышении значений расчетной температуры, равных $0,36 T_{пл}$ для никеля и $0,42–0,45 T_{пл}$ для меди и алюминия, начинается третья область ЭИО, в которой отмечается вызванное укрупнением зерен еще большее снижение твердости криокатанных металлов до значений, соответствующих исходным недеформированным состояниям.

3. Процессы трансформации сильнонагартованной структуры при ЭИО криокатанных ГЦК-металлов близки к процессам, происходящим при статическом отжиге холоднодеформированных материалов – статическому возврату, непрерывной статической рекристаллизации и росту зерна.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Estrin Y., Vinogradov A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61. № 3. P. 782–817. DOI: [10.1016/j.actamat.2012.10.038](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038).
2. Zhilyaev A.P., Pshenichnyuk A.I., Utyashev F.Z., Raab G.I. Superplasticity and Grain Boundaries in Ultrafine-Grained Materials. Amsterdam: Elsevier, 2020. 416 p.
3. Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A., Beygelzimer Y., Blank V.D., Botta W.J. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances // *Materials Research Letters*. 2022. Vol. 10. № 4. P. 163–256. DOI: [10.1080/21663831.2022.2029779](https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779).
4. Pan Dong, Zhao Yuguang, Xu Xiaofeng, Wang Yitong, Jiang Wenqiang, Ju Hong. Effect of High-Energy and Instantaneous Electropulsing Treatment on Microstructure and Properties of 42CrMo Steel // *Acta Metall Sin.* 2018. Vol. 54. № 9. P. 1245–1252. DOI: [10.11900/0412.1961.2017.00562](https://doi.org/10.11900/0412.1961.2017.00562).
5. Konkova T., Valeev I., Mironov S., Korznikov A., Myshlyaev M.M., Semiatin S.L. Effect of electric-current pulses on grain-structure evolution in cryogenically rolled copper // *Journal of Materials Research*. 2014. Vol. 29. № 22. P. 2727–2737. DOI: [10.1557/jmr.2014.299](https://doi.org/10.1557/jmr.2014.299).
6. Konkova T., Valeev I., Mironov S., Korznikov A., Korznikova G., Myshlyaev M.M., Semiatin S.L. Microstructure response of cryogenically-rolled Cu–30Zn brass to electric-current pulsing // *Journal of Alloys and Compounds*. 2016. Vol. 659. P. 184–192. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.11.059](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.11.059).
7. Хаймович П.А. Криодеформирование металлов в условиях всестороннего сжатия (обзор) // *Физика низких температур*. 2018. Т. 44. № 5. С. 463–490. EDN: [YTJSLG](https://www.edn.ru/ytjslg/).
8. Panigrahi S.K., Jayaganthan R. A Study on the Combined Treatment of Cryorolling, Short-Annealing, and Aging for the Development of Ultrafine-Grained Al 6063 Alloy with Enhanced Strength and Ductility // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2010. Vol. 41. P. 2675–2690. DOI: [10.1007/s11661-010-0328-x](https://doi.org/10.1007/s11661-010-0328-x).
9. Magalhães D.C.C., Kliauga A.M., Ferrante M., Sordi V.L. Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature: the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behaviour // *Journal of Materials Science*. 2017. Vol. 52. P. 7466–7478. DOI: [10.1007/s10853-017-0979-8](https://doi.org/10.1007/s10853-017-0979-8).
10. Ma E. Eight Routes to Improve the Tensile Ductility of Bulk Nanostructured Metals and Alloys // *JOM*. 2006. Vol. 58. № 4. P. 49–53. DOI: [10.1007/s11837-006-0215-5](https://doi.org/10.1007/s11837-006-0215-5).
11. Krymskiy S., Sitdikov O., Avtokratova E., Markushev M. 2024 aluminum alloy ultrahigh-strength sheet due to two-level nanostructuring under cryorolling and heat treatment // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2020. Vol. 30. № 1. P. 14–26. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)65176-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)65176-9).
12. Sheng Yinying, Hua Youlu, Wang Xiaojian, Zhao Xueyang, Chen Lianxi, Zhou Hanyu, Wang James, Berndt Ch.C., Li Wei. Application of High-Density Electropulsing to Improve the Performance of Metallic Materials: Mechanisms, Microstructure and Properties // *Materials*. 2018. Vol. 11. № 2. Article number 185. DOI: [10.3390/ma11020185](https://doi.org/10.3390/ma11020185).

13. Kang Kaijiao, Li Dayong, Wang Ao, Shi Dequan, Gao Guili, Xu Zhenyu. Experimental investigation on aging treatment of 7050 alloy assisted by electric pulse // *Results in Physics*. 2020. Vol. 3. Article number 103016. DOI: [10.1016/j.rinp.2020.103016](https://doi.org/10.1016/j.rinp.2020.103016).
14. Xua Hong, Liu Meng, Wang Yu-peng, Ma Pin-kui, Bai Ming, Jiang Bo, Guo Zhi-peng, Zou Yu-jie. Refined microstructure and dispersed precipitates in a gradient rolled AZ91 alloy under pulsed current // *Materialia*. 2021. Vol. 20. Article number 101245. DOI: [10.1016/j.mtla.2021.101245](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2021.101245).
15. Xu Zhutian, Jiang Tianhao, Huang Jihui, Peng Linfa, Lai Xinmin, Fu M.W. Electroplasticity in electrically-assisted forming: Process phenomena, performances and modelling // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2022. Vol. 175. Article number 103871. DOI: [10.1016/j.ijmactools.2022.103871](https://doi.org/10.1016/j.ijmactools.2022.103871).
16. Kim Moon-Jo, Yoon Sangmoon, Park S. et al. Elucidating the origin of electroplasticity in metallic materials // *Applied Materials Today*. 2020. Vol. 21. Article number 100874. DOI: [10.1016/j.apmt.2020.100874](https://doi.org/10.1016/j.apmt.2020.100874).
17. Ruszkiewicz B.J., Mears L., Roth J.T. Investigation of Heterogeneous Joule Heating as the Explanation for the Transient Electroplastic Stress Drop in Pulsed Tension of 7075-T6 Aluminum // *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. 2018. Vol. 140. № 9. Article number 091014. DOI: [10.1115/1.4040349](https://doi.org/10.1115/1.4040349).
18. Humphreys F.J., Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2004. 658 p.
19. Conrad H. Electroplasticity in metals and ceramics // *Materials Science and Engineering: A*. 2000. Vol. 287. № 2. P. 276–287. DOI: [10.1016/S0921-5093\(00\)00786-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00786-3).
20. Grimm T.J., Mears L.M. Skin effects in electrically assisted manufacturing // *Manufacturing Letters*. 2022. Vol. 34. P. 67–70. DOI: [10.1016/j.mfglet.2022.09.006](https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2022.09.006).
21. He Changshu, Zhang Yudong, Wang Y.N., Zhao Xingyong, Zuo Liang, Esling C. Texture and microstructure development in cold-rolled interstitial free (IF) steel sheet during electric field annealing // *Scripta Materialia*. 2003. Vol. 48. № 6. P. 737–742. DOI: [10.1016/S1359-6462\(02\)00552-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00552-3).
22. Shneerson G.A., Dolotenko M.I., Krivosheev S.I. *Strong and Superstrong Pulsed Magnetic Fields Generation*. Berlin: De Gruyter, 2014. 439 p. DOI: [10.1515/9783110252576](https://doi.org/10.1515/9783110252576).
23. Валева И.Ш., Валева А.Х., Ильясов Р.Р., Автократова Е.В., Крымский С.В., Ситдииков О.Ш., Маркушев М.В. Влияние электроимпульсной обработки на структуру и твердость криопрокатаного алюминия // *Письма о материалах*. 2021. Т. 11. № 3. С. 351–356. DOI: [10.22226/2410-3535-2021-3-351-356](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-3-351-356).
24. Маркушев М.В., Ильясов Р.Р., Крымский С.В., Валева И.Ш., Ситдииков О.Ш. Структура и прочность мелкозернистой меди после криопрокатки и однократной электроимпульсной обработки различной мощности // *Письма о материалах*. 2021. Т. 11. № 4. С. 491–496. DOI: [10.22226/2410-3535-2021-4-491-496](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-4-491-496).
25. Markushev M., Valeev I., Valeeva A., Ilyasov R., Avtokratova E., Krymskiy S., Sitdikov O. Effect of electric pulsing on the structure, texture and hardness of cryorolled fine-grain copper // *Facta Universitatis. Series: Mechanical Engineering*. 2022. P. 1–12.
26. Markushev M.V., Valeev I.Sh., Avtokratova E.V., Ilyasov R.R., Valeeva A.K., Krimsky S.V., Sitdikov O.S. Effect of high-dense electropulsing with different energies on the structure and strength of nickel cryorolled to different strains // *Letters on Materials*. 2023. Vol. 13. № 2. P. 126–131. DOI: [10.22226/2410-3535-2023-2-126-131](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2023-2-126-131).
27. Danyuk A., Merson D., Yasnikov I., Agletdinov E., Afanasyev M., Vinogradov A. The effect of stacking fault energy on acoustic emission in pure metals with face-centered crystal lattice // *Letters on Materials*. 2017. Vol. 7. № 4. P. 437–441. DOI: [10.22226/2410-3535-2017-4-437-441](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2017-4-437-441).
28. Sarma V.S., Wang Jun, Jian W.W., Kauffmann A., Conrad H., Freudenberger J., Zhu Yuntian T. Role of stacking fault energy in strengthening due to cryodeformation of FCC metals // *Materials Science and Engineering: A*. 2010. Vol. 527. № 29-30. P. 7624–7630. DOI: [10.1016/j.msea.2010.08.015](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.08.015).
29. Zhao Yonghao, Liao X.Z., Zhu Yuntian, Horita Z., Langdon T.G. Influence of stacking fault energy on nanostructure under high pressure torsion // *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 410-411. P. 188–193. DOI: [10.1016/j.msea.2005.08.074](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.074).
30. Belyakov A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R., Tsuzaki K. Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation // *Acta Materialia*. 2002. Vol. 50. № 6. P. 1547–1557. DOI: [10.1016/S1359-6454\(02\)00013-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00013-7).

REFERENCES

1. Estrin Y., Vinogradov A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, no. 3, pp. 782–817. DOI: [10.1016/j.actamat.2012.10.038](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038).
2. Zhilyaev A.P., Pshenichnyuk A.I., Utyashev F.Z., Raab G.I. *Superplasticity and Grain Boundaries in Ultrafine-Grained Materials*. Amsterdam, Elsevier Publ., 2020. 416 p.
3. Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A., Beygelzimer Y., Blank V.D., Botta W.J. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*, 2022, vol. 10, no. 4, pp. 163–256. DOI: [10.1080/21663831.2022.2029779](https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779).
4. Pan Dong, Zhao Yuguang, Xu Xiaofeng, Wang Yitong, Jiang Wenqiang, Ju Hong. Effect of High-Energy and Instantaneous Electropulsing Treatment on Microstructure and Properties of 42CrMo Steel. *Acta Metall Sin*, 2018, vol. 54, no. 9, pp. 1245–1252. DOI: [10.11900/0412.1961.2017.00562](https://doi.org/10.11900/0412.1961.2017.00562).
5. Konkova T., Valeev I., Mironov S., Korznikov A., Myshlyayev M.M., Semiatin S.L. Effect of electric-current pulses on grain-structure evolution in cryogenically rolled copper. *Journal of Materials Research*, 2014, vol. 29, no. 22, pp. 2727–2737. DOI: [10.1557/jmr.2014.299](https://doi.org/10.1557/jmr.2014.299).
6. Konkova T., Valeev I., Mironov S., Korznikov A., Korznikova G., Myshlyayev M.M., Semiatin S.L. Microstructure response of cryogenically-rolled Cu–30Zn brass to electric-current pulsing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, vol. 659, pp. 184–192. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.11.059](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.11.059).

7. Khaymovich P.A. Cryodeformation of metals under all-around compression (Review Article). *Fizika nizkikh temperatur*, 2018, vol. 44, no. 5, pp. 463–490. EDN: [YTJSLG](#).
8. Panigrahi S.K., Jayaganthan R. A Study on the Combined Treatment of Cryorolling, Short-Annealing, and Aging for the Development of Ultrafine-Grained Al 6063 Alloy with Enhanced Strength and Ductility. *Metalurgical and Materials Transactions: A*, 2010, vol. 41, pp. 2675–2690. DOI: [10.1007/s11661-010-0328-x](#).
9. Magalhães D.C.C., Kliuga A.M., Ferrante M., Sordi V.L. Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature: the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behavior. *Journal of Materials Science*, 2017, vol. 52, pp. 7466–7478. DOI: [10.1007/s10853-017-0979-8](#).
10. Ma E. Eight Routes to Improve the Tensile Ductility of Bulk Nanostructured Metals and Alloys. *JOM*, 2006, vol. 58, no. 4, pp. 49–53. DOI: [10.1007/s11837-006-0215-5](#).
11. Krymskiy S., Sitdikov O., Avtokratova E., Markushev M. 2024 aluminum alloy ultrahigh-strength sheet due to two-level nanostructuring under cryorolling and heat treatment. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2020, vol. 30, no. 1, pp. 14–26. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)65176-9](#).
12. Sheng Yinying, Hua Youlu, Wang Xiaojian, Zhao Xueyang, Chen Lianxi, Zhou Hanyu, Wang James, Berndt Ch.C., Li Wei. Application of High-Density Electropulsing to Improve the Performance of Metallic Materials: Mechanisms, Microstructure and Properties. *Materials*, 2018, vol. 11, no. 2, article number 185. DOI: [10.3390/ma11020185](#).
13. Kang Kaijiao, Li Dayong, Wang Ao, Shi Dequan, Gao Guili, Xu Zhenyu. Experimental investigation on aging treatment of 7050 alloy assisted by electric pulse. *Results in Physics*, 2020, vol. 3, article number 103016. DOI: [10.1016/j.rinp.2020.103016](#).
14. Xua Hong, Liu Meng, Wang Yu-peng, Ma Pin-kui, Bai Ming, Jiang Bo, Guo Zhi-peng, Zou Yu-jie. Refined microstructure and dispersed precipitates in a gradient rolled AZ91 alloy under pulsed current. *Materialia*, 2021, vol. 20, article number 101245. DOI: [10.1016/j.mtla.2021.101245](#).
15. Xu Zhutian, Jiang Tianhao, Huang Jihui, Peng Linfa, Lai Xinmin, Fu M.W. Electroplasticity in electrically-assisted forming: Process phenomena, performances and modeling. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2022, vol. 175, article number 103871. DOI: [10.1016/j.ijmachtools.2022.103871](#).
16. Kim Moon-Jo, Yoon Sangmoon, Park S. et al. Elucidating the origin of electroplasticity in metallic materials. *Applied Materials Today*, 2020, vol. 21, article number 100874. DOI: [10.1016/j.apmt.2020.100874](#).
17. Ruszkiewicz B.J., Mears L., Roth J.T. Investigation of Heterogeneous Joule Heating as the Explanation for the Transient Electroplastic Stress Drop in Pulsed Tension of 7075-T6 Aluminum. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 2018, vol. 140, no. 9, article number 091014. DOI: [10.1115/1.4040349](#).
18. Humphreys F.J., Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd ed. Amsterdam, Elsevier Publ., 2004. 658 p.
19. Conrad H. Electroplasticity in metals and ceramics. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, vol. 287, no. 2, pp. 276–287. DOI: [10.1016/S0921-5093\(00\)00786-3](#).
20. Grimm T.J., Mears L.M. Skin effects in electrically assisted manufacturing. *Manufacturing Letters*, 2022, vol. 34, pp. 67–70. DOI: [10.1016/j.mfglet.2022.09.006](#).
21. He Changshu, Zhang Yudong, Wang Y.N., Zhao Xingyong, Zuo Liang, Esling C. Texture and microstructure development in cold-rolled interstitial free (IF) steel sheet during electric field annealing. *Scripta Materialia*, 2003, vol. 48, no. 6, pp. 737–742. DOI: [10.1016/S1359-6462\(02\)00552-3](#).
22. Shneerson G.A., Dolotenko M.I., Krivosheev S.I. *Strong and Superstrong Pulsed Magnetic Fields Generation*. Berlin, De Gruyter Publ., 2014. 439 p. DOI: [10.1515/9783110252576](#).
23. Valeev I.Sh., Valeeva A.Kh., Ilyasov R.R., Avtokratova E.V., Krymskiy S.V., Sitdikov O.Sh., Markushev M.V. Influence of electric pulse treatment on structure and hardness of cryorolled aluminum. *Pisma o materialakh*, 2021, vol. 11, no. 3, pp. 351–356. DOI: [10.22226/2410-3535-2021-3-351-356](#).
24. Markushev M.V., Ilyasov R.R., Krymskiy S.V., Valeev I.Sh., Sitdikov O.Sh. Structure and strength of fine-grain copper after cryorolling and single electro-pulsing of different capacity. *Pisma o materialakh*, 2021, vol. 11, no. 4, pp. 491–496. DOI: [10.22226/2410-3535-2021-4-491-496](#).
25. Markushev M., Valeev I., Valeeva A., Ilyasov R., Avtokratova E., Krymskiy S., Sitdikov O. Effect of electric pulsing on the structure, texture and hardness of cryorolled fine-grain copper. *Facta Universitatis. Series: Mechanical Engineering*, 2022, pp. 1–12.
26. Markushev M.V., Valeev I.Sh., Avtokratova E.V., Ilyasov R.R., Valeeva A.K., Krymskiy S.V., Sitdikov O.S. Effect of high-dense electropulsing with different energies on the structure and strength of nickel cryorolled to different strains. *Letters on Materials*, 2023, vol. 13, no. 2, pp. 126–131. DOI: [10.22226/2410-3535-2023-2-126-131](#).
27. Danyuk A., Merson D., Yasnikov I., Agletdinov E., Afanasyev M., Vinogradov A. The effect of stacking fault energy on acoustic emission in pure metals with face-centered crystal lattice. *Letters on Materials*, 2017, vol. 7, no. 4, pp. 437–441. DOI: [10.22226/2410-3535-2017-4-437-441](#).
28. Sarma V.S., Wang Jun, Jian W.W., Kauffmann A., Conrad H., Freudenberger J., Zhu Yuntian T. Role of stacking fault energy in strengthening due to cryodeformation of FCC metals. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, no. 29–30, pp. 7624–7630. DOI: [10.1016/j.msea.2010.08.015](#).
29. Zhao Yonghao, Liao X.Z., Zhu Yuntian, Horita Z., Langdon T.G. Influence of stacking fault energy on nanostructure under high pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 410–411, pp. 188–193. DOI: [10.1016/j.msea.2005.08.074](#).
30. Belyakov A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R., Tsuzaki K. Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation. *Acta Materialia*, 2002, vol. 50, no. 6, pp. 1547–1557. DOI: [10.1016/S1359-6454\(02\)00013-7](#).

Combination of cryogenic deformation and electropulse processing as a way to produce ultrafine-grain metals

© 2023

*Mikhail V. Markushev**, Doctor of Sciences (Engineering), senior researcher, Head of laboratory

Elena V. Avtokratova, PhD (Engineering), senior researcher

*Aigul Kh. Valeeva*¹, PhD (Engineering), researcher

*Irshat Sh. Valeev*², PhD (Engineering), researcher

*Rafis R. Ilyasov*³, junior researcher

*Stanislav V. Krymsky*⁴, PhD (Engineering), Head of laboratory

Oleg Sh. Sitdikov, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa (Russia)

*E-mail: mvmark@imsp.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4305-4538>

²ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-5162-7324>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0195-1206>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1534-3239>

Received 15.08.2023

Accepted 01.12.2023

Abstract: The data of a comparative analysis of the structure and hardness of pure metals with a face-centered cubic lattice – aluminum, nickel and copper, subjected to complex thermomechanical treatment (TMT), including isothermal cryogenic rolling at liquid nitrogen temperature and subsequent high-density electropulse treatment (EPT) were presented. The main stages, features and advantages of TMT, which first ensure strong work hardening of the processed material due to deformation at low temperatures and then its ultra-fast contact electropulse heating up to a specified temperature, were considered. A multi-level analysis of the metals structure evolution due to TMT was carried out using modern methods of scanning electron microscopy and X-ray diffractometry, recording a wide range of its linear and angular parameters. The kinetics and nature of the processes of the metals structure evolution under cryogenic rolling and EPT, their driving forces and controlling factors, as well as general patterns and temperature intervals of activation of the deformation structure recovery and recrystallization influenced by an electric pulse are identified and discussed. Based on the results of the analysis of the structural and mechanical behaviour of metals, it was concluded that the combination of severe plastic cryogenic deformation and a single-step treatment with ultrashort alternating current pulses is an effective way to obtain semi-finished products with controlled parameters of their structure and properties, including high-strength ultrafine-grain rolled products. At that the phenomenology and nature of the strengthening/softening of metals during cryogenic rolling and subsequent electropulsing are similar to those observed under cold rolling and furnace annealing.

Keywords: FCC metals; cryogenic deformation; cryogenic rolling; electric pulse treatment; ultrafine-grain structure.

Acknowledgments: The work was carried out within the framework of the state assignment of the Federal State Budgetary Institution of Science Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences.

Experimental studies were carried out on the base of the Collaborative Access Centre “Structural, Physical and Mechanical Studies of Materials” of the IMSP RAS.

For citation: Markushev M.V., Avtokratova E.V., Valeeva A.Kh., Valeev I.Sh., Ilyasov R.R., Krymsky S.V., Sitdikov O.Sh. Combination of cryogenic deformation and electropulse processing as a way to produce ultrafine-grain metals. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 4, pp. 53–62. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-5.