

УДК 669.3:539.89:539.25

Оценка эффективности криогенной деформации для измельчения микроструктуры крупнозернистой меди

Т. Н. Конькова^{1*}, С. Ю. Миронов^{1,2}, А. В. Корзников¹

¹Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, *г. Уфа, 450001, Россия*

²Университет Тохоку, *г. Сендай, Япония*

Изучено влияние криогенных условий деформации на измельчение структурных составляющих меди с исходной крупнозернистой (~100 мкм) структурой. Установлено, что деформация при криогенной температуре интенсифицирует процесс формирования границ деформационного происхождения и активизирует механическое двойникование, однако не позволяет получать нанокристаллические структуры.

Ключевые слова: криогенная деформация, медь, микроструктура, текстура

1. Введение

В настоящее время наблюдается повышенное внимание к деформациям при очень низких абсолютных температурах – к так называемым криогенным деформациям [1–7]. Предполагается, что деформирование при температурах жидкого азота или гелия подавит процессы динамического возврата/рекристаллизации, позволит повысить плотность дислокаций, стимулирует механическое двойникование и, таким образом, ускорит измельчение зеренной структуры. В некоторых статьях [1, 3–7] криогенную деформацию рассматривают даже в качестве простой и дешевой технологии для получения объемных нанокристаллических материалов.

*Конькова Татьяна Николаевна, e-mail: konkova_05@mail.ru.

В работе [8] оценивали эффективность криогенной деформации меди для измельчения зерен путем сравнения микроструктур, формирующихся после одинаковых степеней деформации при комнатной и криогенной температуре. Показано, что при относительно небольших пластических деформациях (осадка, $\epsilon \sim 1,0$) криогенные условия действительно способствуют некоторой интенсификации процессов формирования границ деформационного происхождения и активации механического двойникования. Однако эффект оказался гораздо ниже, чем ожидалось. Более того, он становился практически незаметным при очень больших деформациях (сдвиг под высоким давлением, $\epsilon \sim 8,4$). В целом эффективность криогенных деформаций для измельчения микроструктуры меди была признана не очень высокой.

Следует отметить, что в упомянутой работе для экспериментов использовался относительно мелкозернистый исходный материал со средним размером зерен $\sim 1,7$ мкм. Как известно, механическое двойникование и фрагментация микроструктуры подавляются с уменьшением размеров зерен [9, 10]. Таким образом, не исключено, что специфическая (мелкозернистая) природа материала не позволила полностью раскрыть потенциал криогенных деформаций.

В связи с этим с целью уточнения эффективности криогенных деформаций для измельчения зерен в меди в настоящей работе использован крупнозернистый (~ 100 мкм) исходный материал. Для микроструктурных исследований привлечен метод автоматического анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD). Предполагалось, что возможность получения разнообразной и статистически значимой информации о материале (размере зерен, спектре разориентировок границ зерен и текстуре), свойственная EBSD, позволит полнее охарактеризовать исследуемые структуры и таким образом адекватно оценить эффективность криогенной деформации.

2. Материал и методика эксперимента

В качестве материала исследования использовалась технически чистая (99,9%) медь марки М1. В состоянии поставки материал представлял собой горячекатаный пруток со средним размером зерен ~100 мкм.

Для выявления эффекта криогенной температуры материал был подвергнут одноосной осадке примерно на 60% по высоте на воздухе и в специально сконструированном штампе в среде жидкого азота. С этой целью из исходного прутка были вырезаны призматические образцы размерами 5×5×6 мм и осаждены на универсальной испытательной машине Schenck при постоянной скорости движения траверсы 1 мм/мин.

Микроструктурные исследования деформированных образцов осуществлялись в центральной части продольного сечения и проводились методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Образцы для микроструктурных наблюдений подвергали предварительному шлифованию на абразивной бумаге и алмазной пасте и окончательной электрополировке. В случае EBSD образцы электрополировали в 70%-ном растворе ортофосфорной кислоты H_3PO_4 в дистиллированной воде при комнатной температуре и напряжении 5 В. В случае ПЭМ электролит представлял собой 7%-ный раствор той же самой кислоты, а приложенное напряжение составляло 4 В.

Для ПЭМ исследований использован микроскоп JEM-2000EX, работающий при ускоряющем напряжении 160 кВ. EBSD-анализ осуществляли при помощи программного обеспечения TSL OIM™, установленного на сканирующем электронном микроскопе с полевым катодом Hitachi S-4300SE. В общей сложности было отснято 16 EBSD карт, состоящих из ~200 000-550 000 пикселей. Шаг сканирования (размер пикселя) варьировали с 50 нм до 1 мкм. В целях минимизации ошибки каждая электронограмма автоматически индцировалась по семи Кикучи-

линиям. Доля успешно индцированных электронограмм составляла 99,6–99,9% от их общего числа. Средняя величина коэффициента, характеризующего корректность индцирования электронограмм (так называемый *Confidence Index, CI* [11]) варьировалась для различных EBSD карт с 0,22 до 0,56. (Для сравнения: считается, что если этот коэффициент превышает 0,1, то доля корректно индцированных электронограмм составляет 95% [11].) С целью избавления от сомнительных результатов EBSD данные были подвергнуты автоматической корректировке: все мелкие зерна, состоящие из трех и менее пикселей, были автоматически удалены с EBSD карт, как не внушающие доверия. При вычислении разориентировки из всех кристаллографически эквивалентных ее описаний использовали описание с минимальным углом. Ввиду экспериментальной погрешности EBSD-метода все малоугловые границы с разориентировкой менее 2° были исключены из рассмотрения. В качестве критерия мало- и большеугловых границ (МУГ и БУГ соответственно) использовали разориентировку 15°. Размер структурных элементов (зерен/субзерен) определяли методом секущих.

Для получения дополнительной информации о микроструктуре были проведены измерения микротвердости по Виккерсу. Эксперимент осуществляли при комнатной температуре и выполняли на приборе Akashi MVK-N1 при нагрузке 50 г и выдержке 10 с.

Следует отметить, что медь, подвергнутая большим пластическим деформациям как при криогенной [12–15], так и при комнатной температуре [7, 16–17], может быть склонна к частичной рекристаллизации при продолжительном хранении на воздухе. В этой связи длительность нахождения материала при комнатной температуре может быть важной при интерпретации его структуры и свойств. Время пребывания на воздухе образцов, подвергнутым деформации при 20 °С и –196 °С, перед проведением EBSD анализа составило 1,5 мес., перед ПЭМ исследованиями – 1 день и измерением микротвердости – 15 мин.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Механическое поведение

Диаграммы осадки образцов, деформированных при комнатной температуре и в среде жидкого азота, приведены на рис. 1, *а*. Все деформационные кривые характеризуются резким загибом вверх на финальной стадии нагружения, соответствующей образованию так называемой бочки. На этапе относительно однородного пластического течения для криогенной деформации характерно повышенное деформационное упрочнение.

Микротвердость, измеренная в центральной части деформированных образцов, приведена на рис. 1, *б*. Как и ожидалось, криогенно-деформированный материал демонстрирует более высокий уровень прочности при комнатной температуре.

3.2. Общие тенденции в эволюции зеренной структуры

Обзорные EBSD-карты, иллюстрирующие распределение зеренной структуры по высоте осаженных образцов, приведены на рис. 2 (на картах обозначены только БУГ). В обоих случаях микроструктура является весьма неоднородной по сечению образцов, отображая специфический характер пластического течения при осадке. В верхней и нижней части рисунков, соответствующих застойным зонам при образовании «бочки», выявляются остатки исходной зеренной структуры, состоящей из крупных зерен и двойников отжига. Ближе к центру исходные зерна и двойники существенно сплюсциваются в соответствии с геометрией деформации. Кроме этого, структура заметно усложняется, появляются признаки формирования новых мелких зерен (или границ деформационного происхождения). Этот процесс протекает неоднородно, и его интенсивность существенно варьируется от зерна к зерну. Из

обеих структур быстро исчезают исходные двойники отжига; можно предположить, что они фрагментируются в первую очередь.

Из сопоставления структур, приведенных на рис. 2, следует, что процесс измельчения микроструктуры развивается более интенсивно при криогенной деформации. Впрочем, недостаточное разрешение представленных EBSD карт (шаг сканирования 1 мкм) не позволяет сделать однозначное заключение на этот счет.

3.3. Особенности морфологии микроструктуры

Фрагменты EBSD-карт, полученных с шагом сканирования 0,5 мкм с центральных (наиболее деформированных) областей осаженных образцов, приведены на рис. 3. На этих картах МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями. Для обоих исследованных состояний характерна развитая система субграниц в теле зерен. В обоих случаях плотность МУГ в среднем повышается от центра зерен к их границам. Можно также отметить слабую тенденцию выравнивания МУГ примерно параллельно продольной оси сплюснутых зерен. Некоторые сегменты субграниц накопили разориентировку свыше 15° , превратившись таким образом в БУГ (примеры показаны стрелками); в криогенно-деформированном образце этот эффект представляется несколько более ярко выраженным.

Для обеих микроструктур типично наличие значительной фракции относительно мелких зерен сложной формы. Очень часто разориентировка на их границах близка к $60^\circ \langle 111 \rangle$, хотя, как правило, находится вне интервала Брендона для $\Sigma 3$. Можно допустить, что это фрагментированные остатки двойников – как исходных двойников отжига, так и механических, «разрушенных» в ходе деформации. По-видимому, эффект деформационного «разрушения» двойников впервые был описан в работе [18]. Как было убедительно показано, разворот кристаллической решетки как двойников, так и матрицы в ходе продолжающейся

пластической деформации приводит к отклонению разориентировки на двойниковых границах от точно двойникового сопряжения и их последующему постепенному превращению в произвольные (не $\Sigma 3$) БУГ; двойники соответственно трансформируются в обычные зерна.

В некоторых случаях, впрочем, двойники полностью окаймлены границами с разориентировкой, близкой к идеальной $\Sigma 3$ (некоторые примеры выделены на рис. 3, б). Это могут быть как свежие двойники, появившиеся на поздних этапах деформации, так и двойники отжига, сформировавшиеся уже после деформации в ходе выдержки образцов при комнатной температуре перед EBSD-исследованием.

Согласно данным [5, 6], механические двойники, образующиеся в ходе криогенной деформации, могут иметь очень дисперсные размеры – менее 100 нм. Для их выявления посредством EBSD необходим шаг сканирования, гораздо меньший, чем использовался при получении карт, приведенных на рис. 3.

Фрагменты высокоразрешающих EBSD-карт, полученных с шагом 50 нм, приведены на рис. 4. Как и в предыдущем случае, МУГ обозначены тонкими серыми линиями, а БУГ – толстыми темными линиями. Примеры двойников на этих картах показаны стрелками. Подобные двойники были выявлены в обоих исследованных состояниях, однако их фракция в криогенно-деформированном материале была выше.

В качестве дополнительной особенности микроструктуры, выявляемой на рис. 4, следует также отметить тенденцию выравнивания субграниц со следами плоскостей скольжения $\{111\}$, обозначенных пунктирными линиями на картах. Данный феномен довольно хорошо описан для ГЦК-металлов, прокатанных при комнатной температуре [19]. В контексте представленной работы этот результат может косвенно свидетельствовать, что и в условиях криогенного нагружения основной системой скольжения являлась $\{111\}\langle 110\rangle$.

Суммируя результаты двух предыдущих разделов можно заключить, что в целом эволюция зеренной структуры в ходе криогенной осадки представляла собой геометрическое сплющивание исходных зерен и двойников отжига, внутри которых имели место фрагментация и двойникование.

3.4. Размеры зерен/субзерен

Микроструктуры, сформировавшиеся в центральной части обоих образцов, являются довольно сложными. Они состоят из очень крупных (до нескольких сотен микрон) сплюснутых исходных зерен (см. рис. 2), фрагментированных остатков исходных двойников (см. рис. 3), а также ультрадисперсных двойников деформации/отжига (см. рис. 4). Внутри зерен и двойников имеет место развитая субструктура, причем некоторые сегменты субграниц уже накопили большеугловую разориентировку (рис. 3, 4). Количественный анализ столь гетерогенной микроструктуры представляет собой довольно сложную задачу. Для оценки размеров сплюснутых исходных зерен необходимо исследование микроструктуры при относительно малых увеличениях; в случае EBSD это означает относительно большой шаг сканирования (рис. 2, 3). Для учета же ультрамелкозернистых двойников (рис. 4) нужны большие увеличения (или малый шаг сканирования). При этом надо иметь в виду, что исследуемая площадь может целиком находиться внутри одного крупного исходного зерна, и полученные результаты вряд ли будут статистически представительными для всей микроструктуры в целом.

В качестве компромиссного решения в настоящей работе размеры зерен в обоих исследованных состояниях определяли сразу по двум различным EBSD-картам – полученным как с шагом сканирования 0,5 мкм (рис. 3), так и 0,05 мкм (рис. 4); размеры же субзерен оценивали при помощи EBSD-карт, снятых с шагом сканирования 0,1 и 0,05 мкм. Важно отметить, что на рис. 3 и 4 приведены только фрагменты EBSD-карт, а статистические данные о размерах зерен/субзерен

выводились с полных карт. Полученные результаты приведены на рис. 5 и в табл. 1. Ни один из них по отдельности не описывает размеры элементов микроструктуры исчерпывающе, однако в совокупности они позволяют составить относительно адекватное представление о дисперсности микроструктуры.

Структура криогенно-деформированного образца характеризуется примерно вдвое меньшим средним размером зерен и субзерен (табл. 1), а центры тяжести распределений зерен по размерам довольно существенно смещены влево по сравнению с микроструктурой, сформировавшейся при комнатной температуре (рис. 5, а, б, г, д). Это косвенно свидетельствует о более интенсивном формировании границ деформационного происхождения как вследствие двойникования, так и в результате более быстрого набора разориентировки на дислокационных границах. Иными словами, деформация при криогенной температуре довольно заметно ускоряет процесс измельчения зеренной структуры. При этом следует отметить, что, хотя модальные размеры зерен могут достигать 0,1 мкм (рис. 5, г, д), удельный объем зерен величиной менее 1 мкм весьма незначителен (рис. 5, в, е). Таким образом, криогенная осадка сама по себе не позволяет формировать реальную субмикроструктурную (тем более нанокристаллическую) структуру.

Данный вывод противоречит данным работ [5, 6], в которых отмечалось формирование нанокристаллических структур в ходе криогенной прокатки меди. В этой связи следует отметить, что такие выводы были сделаны, во-первых, для случая исходного крупнозернистого состояния меди, во-вторых, в качестве метода исследования использовался ПЭМ, т. е. результаты базировались на гораздо худшей статистике, чем данные, приведенные в этой статье. Кроме того, в этих работах не было проведено разделения на измеряемые зерна и субзерна.

3.5. ПЭМ анализ

Типичные ПЭМ фотографии микроструктур после деформации при комнатной и криогенной температуре приведены на рис. 6. Во всех случаях направление осадки параллельно вертикальной кромке кадра. Как следует из снимков, сделанных при относительно небольших (обзорных) увеличениях (рис. 6, *a, z*), в обоих исследованных случаях имело место формирование полосовой структуры, ориентированной примерно перпендикулярно оси сжатия. Это в целом согласуется с результатами EBSD-анализа, также выявившим тенденцию выравнивания МУГ вдоль продольной оси сплюснутых исходных зерен (см. рис. 3). Средний поперечный размер («толщина») полос в материале после деформации при комнатной температуре составляет $\sim 0,4$ мкм (рис. 6, *a*), тогда как в криогенно-осаженном материале – примерно $0,2$ мкм (рис. 6, *z*). Это существенно меньше, чем средний размер субзерен, определенный на основании результатов EBSD-анализа (табл. 2). Данное расхождение, вероятно, связано со значительной фракцией МУГ, имеющих разориентировку меньше 2° и, таким образом, «невидимых» для EBSD. Отличительной особенностью микроструктуры после криогенной деформации является значительная фракция двойников; пример двойникового пакета приведен на рис. 6, *d* (расшифровка электронограмм не проводилась). Как правило, двойники являются очень узкими (~ 50 нм) и содержат значительное количество дефектов. По видимому, эти двойники являются механическими, а не двойниками отжига.

Структура, приведенная на рис. 6, *d*, вполне может быть интерпретирована как нанокристаллическая. Этот пример, по мнению авторов, иллюстрирует сложность адекватной интерпретации микроструктуры посредством ПЭМ. Наряду с высокой разрешающей способностью этому методу свойственна также весьма ограниченная площадь исследования. Это надо учитывать при аттестации неоднородной микроструктуры (являющейся характерной для больших деформаций). В этой связи EBSD представляется более объективным методом для измерения размеров зерен в сильнодеформированных структурах.

Дислокационная субструктура внутри полос, сформировавшихся в ходе деформации при комнатной температуре, в некотором приближении может быть описана в рамках ячеистой структуры (рис. 6, б). Наиболее типичным дислокационным образованием является сетка (рис. 6, в), плотность свободных дислокаций внутри ячеек относительно низкая. В криогенно-деформированном образце пространственное распределение дислокаций представляется значительно менее организованным, и наиболее типичными при этом являются дислокационные клубки и жгуты (рис. 6, е); плотность дислокаций относительно высокая. Возможно, что различия в дислокационной субструктуре определяют более высокое деформационное упрочнение в ходе осадки в жидком азоте (см. рис. 1, а).

3.6. Спектр разориентировок границ зерен

Спектры разориентировок исследованных состояний приведены на рис. 7 и в табл. 2. Для характеристики малоугловой части спектра, а также для определения удельной доли БУГ были использованы EBSD-карты, снятые с шагом сканирования 0,1 и 0,05 мкм (рис. 7, а, табл. 2). Для анализа большеугловых разориентировок (включая двойниковые) использовали данные EBSD, полученные с шагом сканирования 0,5 и 0,05 мкм (рис. 7, б, табл. 2). Следует отметить, что распределения границ по углам разориентировки, приведенные на рис. 7, построены в не совсем обычной системе координат: удельная протяженность границ (мкм^{-1}) — угол разориентировки (град); удельная протяженность вычислялась как суммарная длина границ в том или ином интервале углов разориентации на EBSD-карте, отнесенная к площади карты. Как будет показано далее, использование подобной метрики позволяет получить некоторую дополнительную информацию об интенсивности процессов измельчения микроструктуры.

Как следует из рис. 7, а, удельная протяженность МУГ в криогенно-деформированном материале больше, чем в структуре после деформации при 20 °С.

Этот результат коррелирует с меньшим размером субзерен (см. табл. 1) и также свидетельствует об интенсификации процесса формирования границ деформационного происхождения в криогенных условиях. Следствием этого эффекта является также повышенная протяженность БУГ в интервале углов разориентировки $\sim 15\text{--}25^\circ$ (рис. 7, б).

К характерной особенности большеугловой части спектра разориентировок криогенно-осаженного образца относится ярко выраженный максимум в районе 60° (рис. 7, б). Этот результат отражает значительную фракцию микродвойников в данной микроструктуре (см. рис. 4, б) и хорошо соотносится с литературными данными, отмечающими активизацию механического двойникования при криогенной деформации меди [5, 6]. Следует отметить, что двойниковый пик на рис. 7, б является довольно широким, а доля границ с разориентировкой в пределах интервала Брендона для $\Sigma 3$ довольно мала (см. табл. 2). Скорее всего, это свидетельствует о том, что большинство двойников, составляющих пик на рис. 7, б, было разрушено в ходе продолжающейся криогенной деформации, как обсуждалось выше. Иными словами, двойникование имело место именно в ходе деформации, т. е. было механическим.

Несмотря на интенсивное двойникование и активизацию процесса набора разориентации на границах деформационного происхождения, криогенно-деформированный материал характеризуется относительно низкой долей БУГ, которая вполне сопоставима с состоянием, осаженным при комнатной температуре (см. табл. 2). С учетом же значительной доли границ с разориентировкой ниже 2° (как обсуждалось выше) реальная фракция БУГ в микроструктуре представляется совсем небольшой.

3.7. Текстура

Текстура, сформировавшаяся в центральной части обоих образцов, представлена в виде обратных полюсных фигур для направления сжатия на рис. 8, *а*, *б*. Текстурные данные были получены с обзорных EBSD карт, снятых с шагом сканирования 1 мкм (см. рис. 2). Для сравнения на рис. 8, *в* приведены теоретически рассчитанные по моделям Тейлора и Закса текстуры меди, деформированной сжатием в условиях холодной деформации [20].

Из сопоставления экспериментальных данных (рис. 8, *а*, *б*) с эталонами текстур (рис. 8, *в*) следует, что пластическое течение в ходе осадки как при комнатной, так и при криогенной температуре ближе к схеме Закса, нежели к схеме Тейлора. Данный эффект, скорее всего, связан с крупнозернистой природой использованного материала. Проблема обеспечения совместности деформации смежных зерен (являющаяся основой схемы Тейлора) важна лишь в приграничных районах, которые, вероятно, представляют собой лишь незначительную часть удельного объема исследованных грубозернистых материалов. С другой стороны, пластическое течение в теле зерен (составляющего основу удельного объема материала) контролируется собственной кристаллографической ориентацией зерен, что, по-видимому, и обуславливает преобладание схемы Закса.

Принципиальное подобие текстур, сформировавшихся в обоих исследованных состояниях, позволяет заключить, что основным механизмом пластического течения при криогенной температуре было обычное дислокационное скольжение $\{111\}\langle 110\rangle$.

В качестве особенности криогенно-деформированного состояния можно отметить несколько более острую текстуру (см. рис. 8, *а*, *б*). Данный эффект возможно связан с затруднением термоактивированного поперечного скольжения дислокаций при криогенной температуре, так как уменьшение числа действующих систем скольжения (или активности некоторых из них) может способствовать интенсификации процесса формирования текстуры. Данное предположение

согласуется с отсутствием развитой ячеистой субструктуры в криогенно-деформированном материале.

4. Заключение

Деформация меди при криогенной температуре способствует существенной интенсификации измельчения зерен за счет активизации механического двойникования, а также процессов формирования границ дислокационного происхождения. Однако сформированная зеренная структура весьма неоднородна, и удельный объем зерен величиной менее 1 мкм довольно мал. Таким образом, криогенная осадка является недостаточно эффективной для формирования нанокристаллической структуры в меди.

Авторы признательны профессору Г. А. Салищеву за идею проекта по изучению криогенных деформаций меди, в рамках которого была выполнена данная работа. Они также очень признательны канд. техн. наук Р. М. Галееву и канд. техн. наук О. Р. Валиахметову за предоставление исходного материала для исследований, а также М. И. Нагимову за помощь в эксперименте по осадке образцов.

Список литературы

1. **Huang Y., Prangnell P. B.** The effect of cryogenic temperature and change in deformation mode on the limiting grain size in a severely deformed dilute aluminium alloy // Acta Mater. 2008. V. 56. P. 1619-1632.
2. **Zahid G.H., Huang Y., Prangnell P.B.** Microstructure and texture evolution during annealing a cryogenic-DPD processed Al-alloy with a nanoscale lamellar HAGB grain structure // Acta Mater. 2009. V. 57. P. 3509-3521.
3. **Panigrahi S.K., Jayaganathan R.** A study on the mechanical properties of cryorolled Al-Mg-Si alloy // Mater. Sci. Eng. 2008. V. A480. P. 299-305.

4. **Panigrahi S.K., Jayaganathan R., Chawla V.** Effect of cryorolling on microstructure of Al-Mg-Si alloy // *Mater. Letter.* 2008. V. 62. P. 2626-2629.
5. **Li Y.S., Tao N.R., Lu K.** Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures // *Acta Mater.* 2008. V. 56. P. 230–241.
6. **Zhang Y., Tao N.R., Lu K.** Mechanical properties and rolling behaviors of nano-grained copper with embedded nano-twin bundles // *Acta Mater.* 2008. V. 56. P. 2429–2440.
7. **Estrin Y., Isaev N.V., Lubenets S.V.** et al. Effect of microstructure on plastic deformation of Cu at low homologous temperatures // *Acta Mater.* 2006. V. 54. P. 5581–5590.
8. **Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В.** Об эффективности криогенной деформации для измельчения микроструктуры меди // *Физическая мезомеханика.* 2011. Т. 14. № 1. С. 83-92.
9. **Humphreys F.J. and Hatherly M.** Recrystallization and related phenomena. Elsevier, UK, 2004. 574 p.
10. **Humphreys F.J., Prangnell P.B., Bowen J.R.** et al. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation // *Phil. Trans. R. Soc.* 1999. V. A357. P. 1663-1681.
11. **Field D.P.** Recent advances in the application of orientation imaging // *Ultramicroscopy.* 1997. V. 67. P. 1–9.
12. **Meingelberg H.D., Meixner M., Lucke K.** The kinetics of the recrystallization of copper deformed at low temperatures // *Acta Metal.* 1965. V. 13. P. 835-844.
13. **Гиндин И.А., Аксенов В.К., Борисова И.Ф., Стародубов Я.Д.** Особенности низкотемпературной рекристаллизации меди // *ФММ.* 1975. Т. 39. С. 88-93.
14. **Гиндин И.А., Лазарев Б.Г., Стародубов Я.Д., Лазарева М.Б.** О низкотемпературной рекристаллизации меди, прокатанной при 77 и 20°K // *ДАН СССР.* 1966. Т. 171. С. 552-554.
15. **Гиндин И.А., Стародубов Я.Д., Старолат М.П., Хаймович П.А.** Особенности дефектной структуры меди, экструдированной при низких температурах // *ФММ.* 1979. Т. 48. С. 1004-1009.
16. **Mishin O.V. and Godfrey A.** Microstructure of ECAE-processed copper after long-term room-temperature storage // *Met. Metall. Trans.* 2008. V. A39. P. 2923–2930.
17. **Gertsman V.Y., Birringer R.** On the room-temperature grain growth in nanocrystalline copper // *Scripta Met. Mater.* 1994. V. 30. P. 577-581.
18. **Нестерова Е.В., Рыбин В.В.** Механическое двойникование и фрагментация технически чистого титана при больших пластических деформациях // *ФММ.* 1985. Т. 59. С. 395-406.

19. **Hansen N., Jensen D.J.** Development of microstructure in FCC metals during cold work // *Phil. Trans. R. Soc.* 1999. V. A357. P. 1447–1469.
20. **M'Guil S., Ahzi S., Youssef H.** et al. A comparison of viscoplastic intermediate approaches for deformation texture evolution in face-centered cubic polycrystals // *Acta Mater.* 2009. V. 57. P. 2496-2508.

1. Средние размеры зерен и субзерен (по данным EBSD-анализа)

| Параметр | Температура, °С | |
|---------------------------------|-----------------|---------|
| | 20 | -196 |
| Средний размер зерен, мкм*: | | |
| в направлении осадки | 9,5/7,0 | 4,4/3,3 |
| в поперечном направлении | 16,2/8,0 | 7,2/3,4 |
| Средний размер субзерен, мкм**: | | |
| в направлении осадки | 1,1/1,7 | 0,5/1,2 |
| в поперечном направлении | 1,3/1,8 | 0,7/0,9 |

*В числителе – при шаге сканирования 0,5 мкм, в знаменателе – при 0,05 мкм.

**В числителе – при шаге сканирования 0,1 мкм, в знаменателе – при 0,05 мкм.

2. Содержание большеугловых и двойниковых границ (по данным EBSD-анализа)

| Параметр | Температура, °С | |
|---|-----------------|---------|
| | 20 | -196 |
| Доля двойниковых границ $\Sigma 3$, %* | 0,5/1,5 | 3,7/5,8 |
| Доля большеугловых границ, %** | 19/12 | 17/18 |

*В пределах интервала Брендона. В числителе – при шаге сканирования 0,5 мкм, в знаменателе – при 0,05 мкм.

**В числителе – при шаге сканирования 0,1 мкм, в знаменателе – при 0,05 мкм.

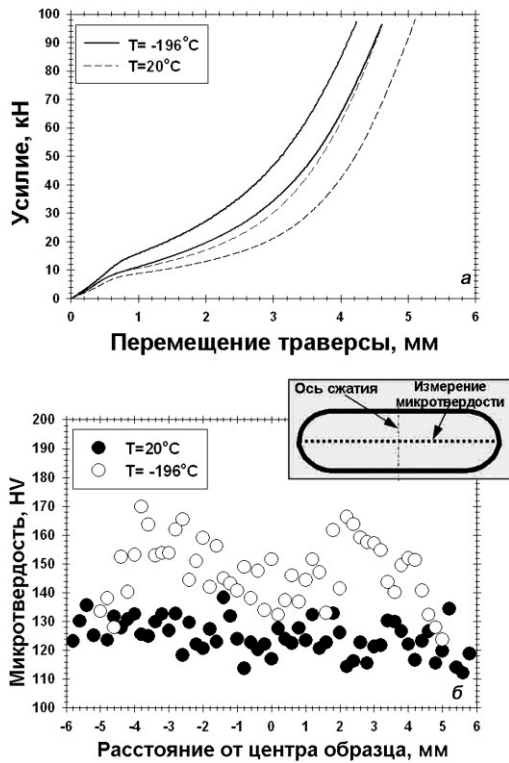


Рис. 1. Механическое поведение меди:

a – деформационные диаграммы при сжатии; *б* – распределение микротвердости в центральной части образцов, деформированных при комнатной и криогенной температуре

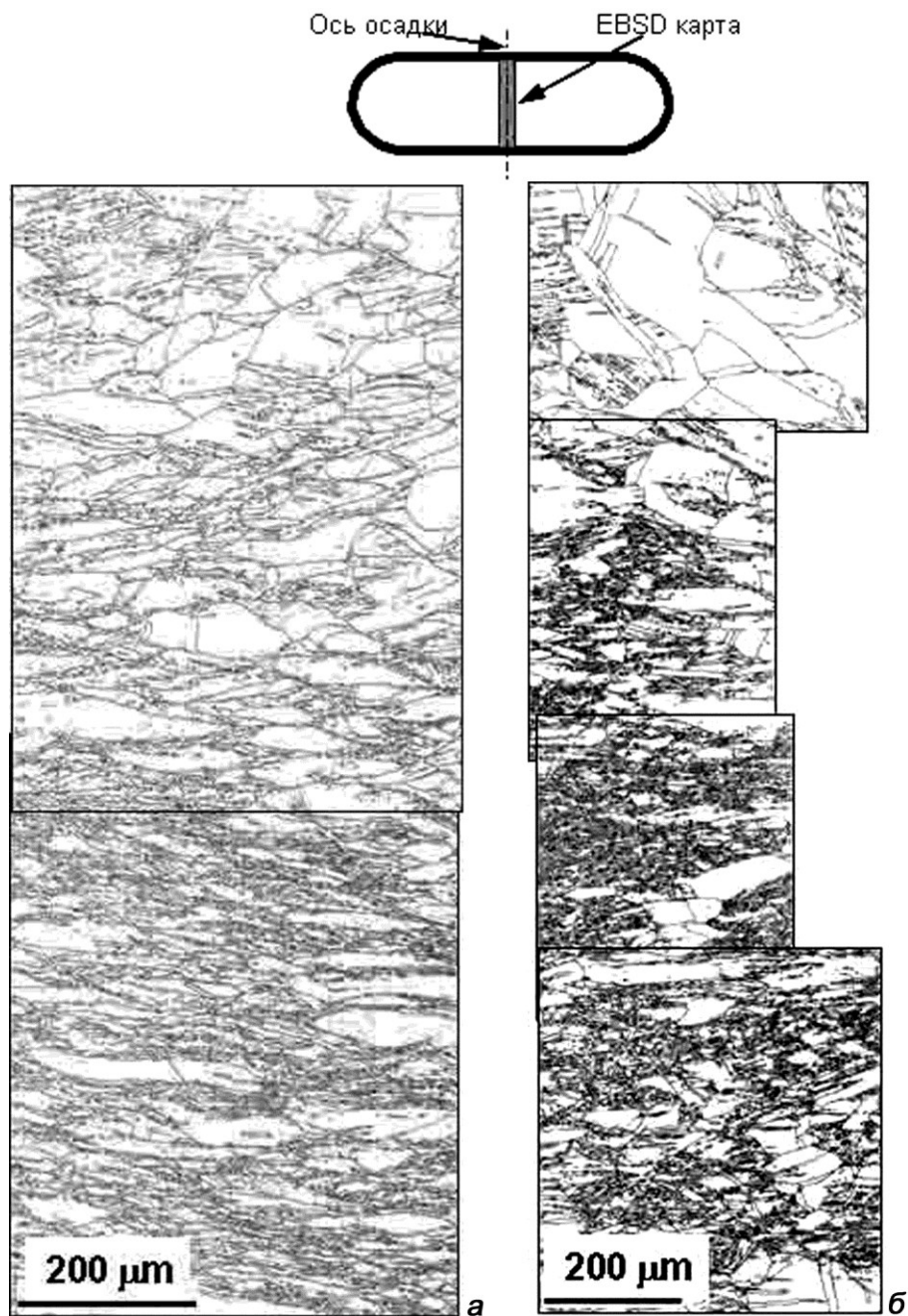


Рис. 2. Изменение микроструктуры по высоте образцов меди, осаженных при комнатной (*а*) и криогенной (*б*) температуре; EBSD-карты (шаг сканирования 1 мкм), показаны только большеугловые границы

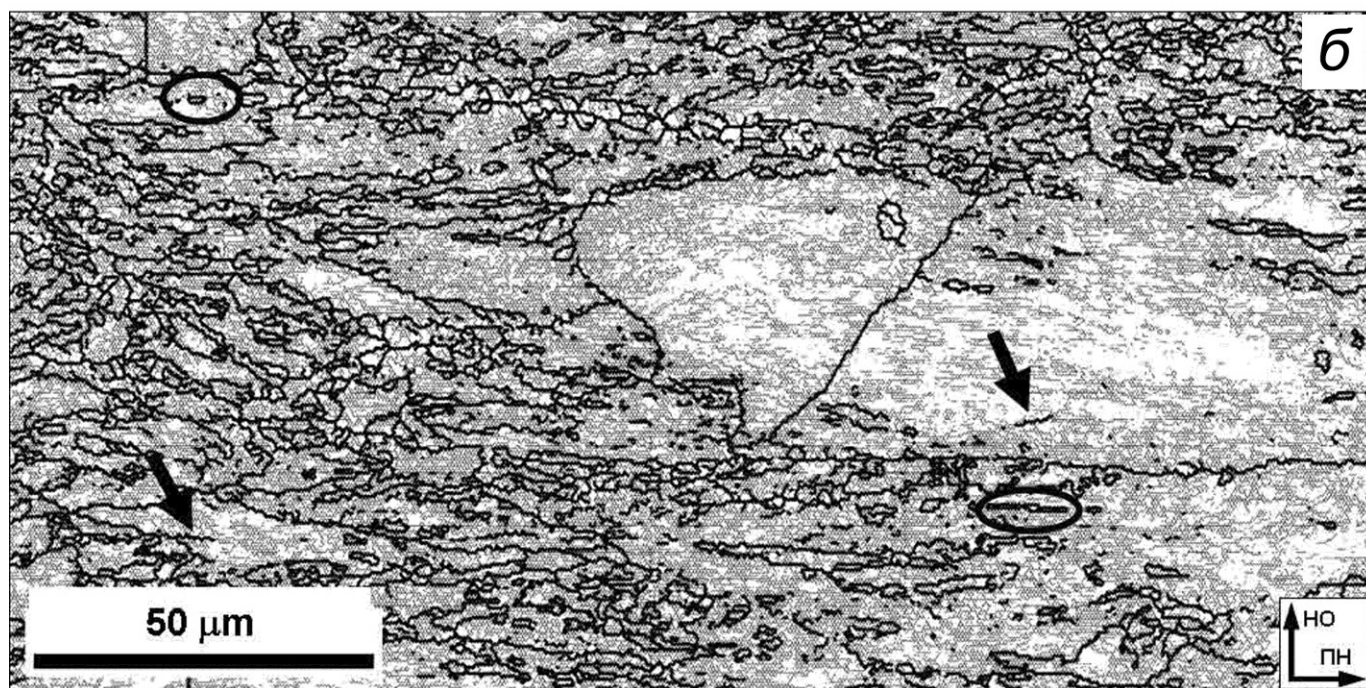
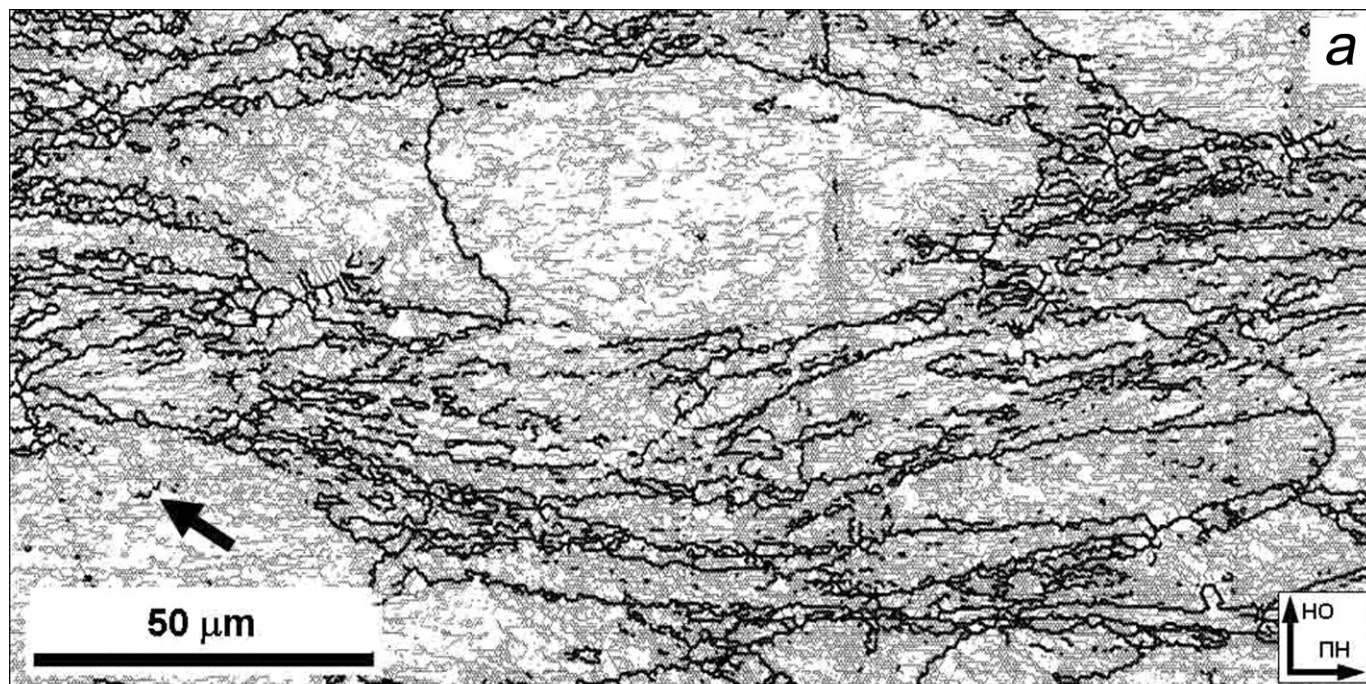


Рис. 3. Микроструктура в центре образцов, осажженных при комнатной (а) и при криогенной (б) температуре; фрагменты EBSD-карт (шаг сканирования 0,5 мкм) МУГ обозначены тонкими серыми линиями, БУГ – толстыми темными линиями, НО – направление осадки, ПН – поперечное направление, стрелками показаны двойники

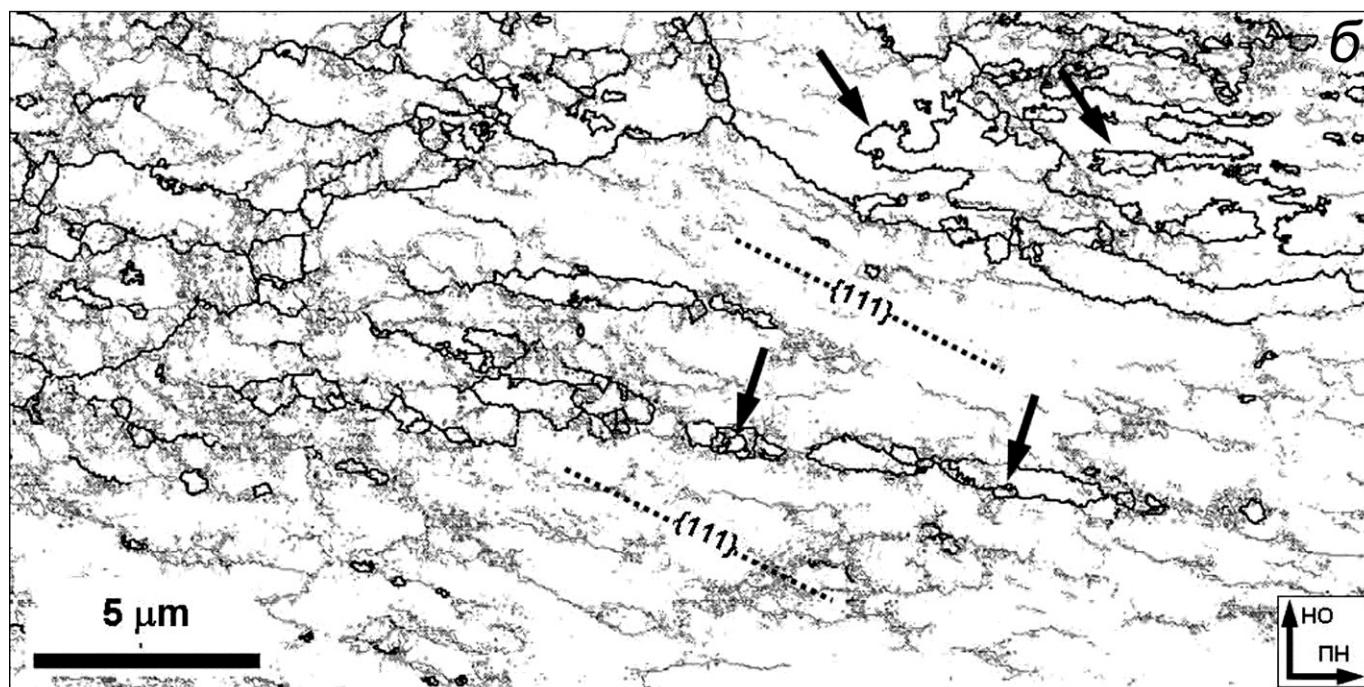
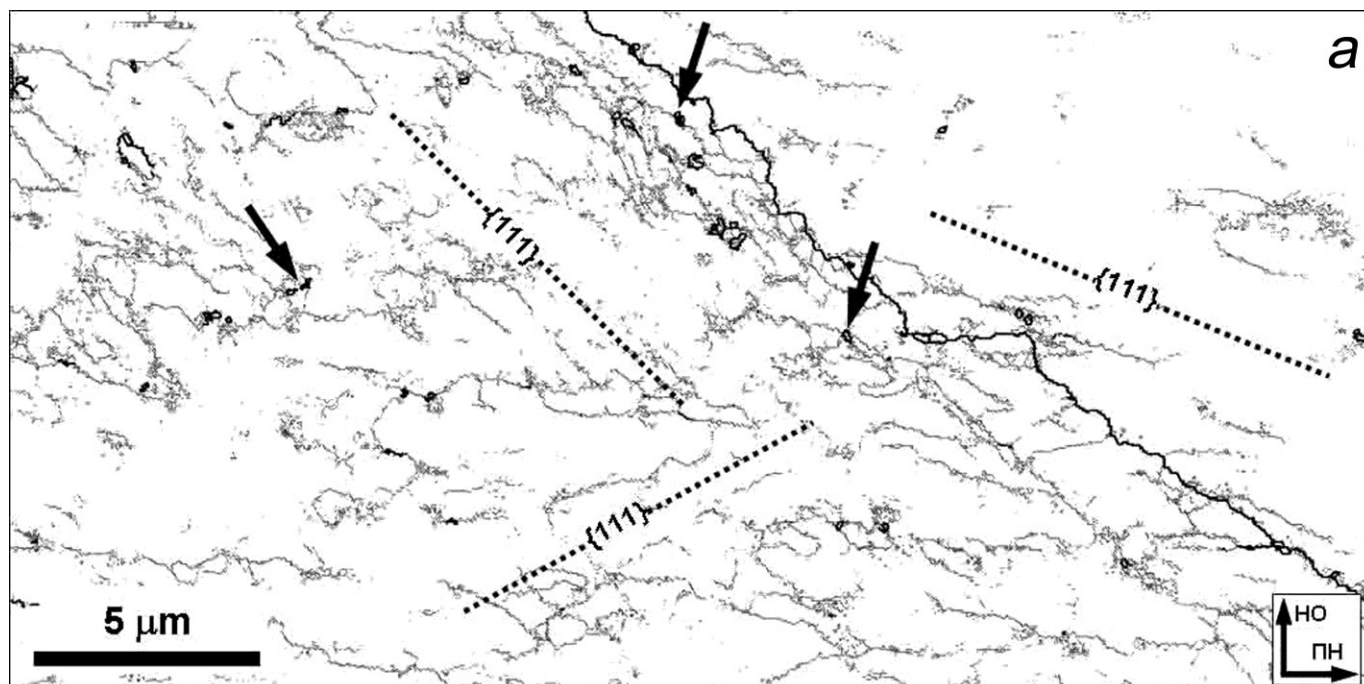


Рис. 4. Микроструктура в центре образцов, осаженных при комнатной (а) и криогенной (б) температуре; фрагменты EBSD-карт (шаг сканирования 0,05 мкм), пунктирные линии соответствуют следам плоскостей $\{111\}$, стрелками показаны двойники

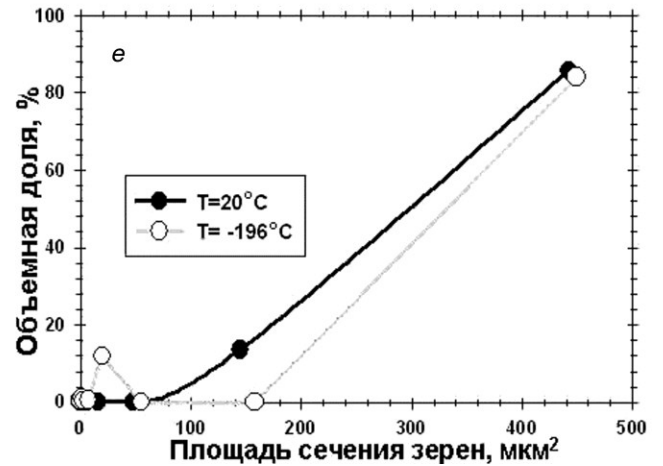
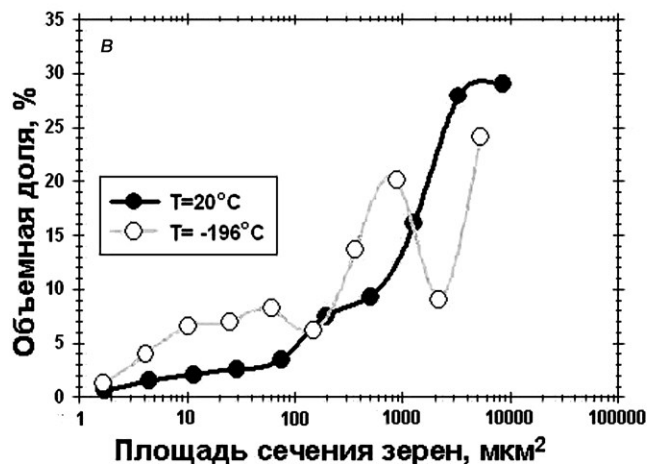
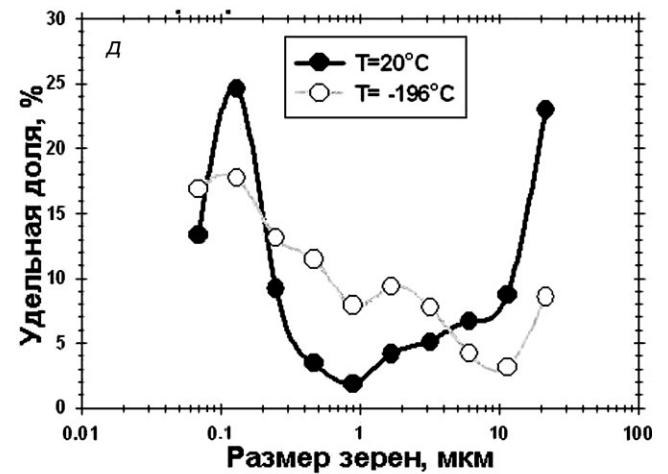
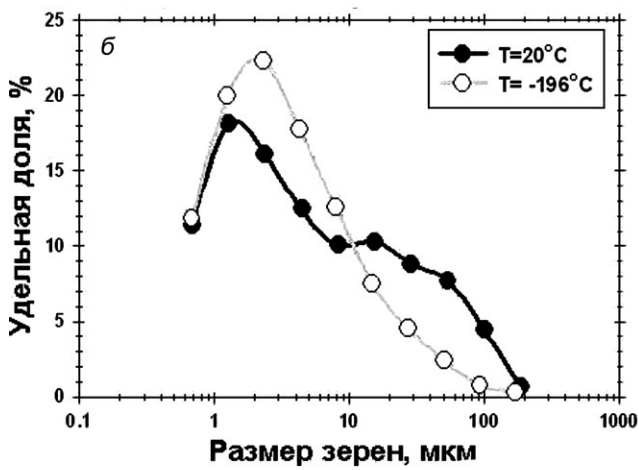
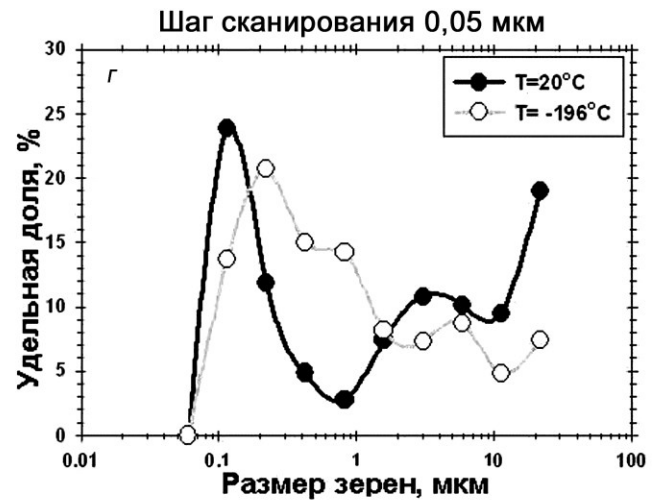
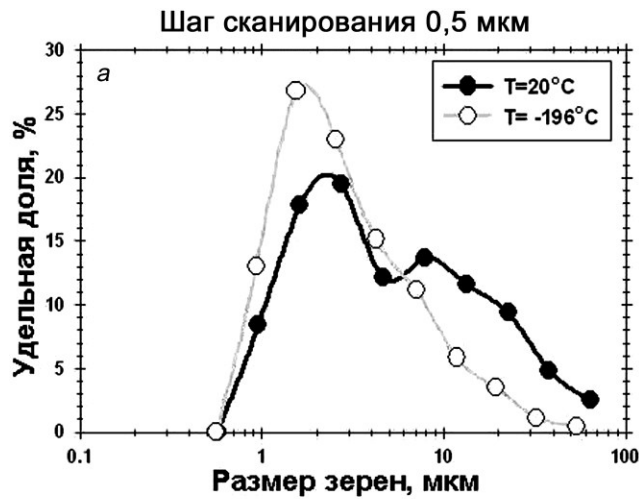


Рис. 5. Распределения зерен по размерам и площади сечений, полученные при шаге EBSD-сканирования 0,5 мкм (а–в) и 0,05 мкм (г–е)

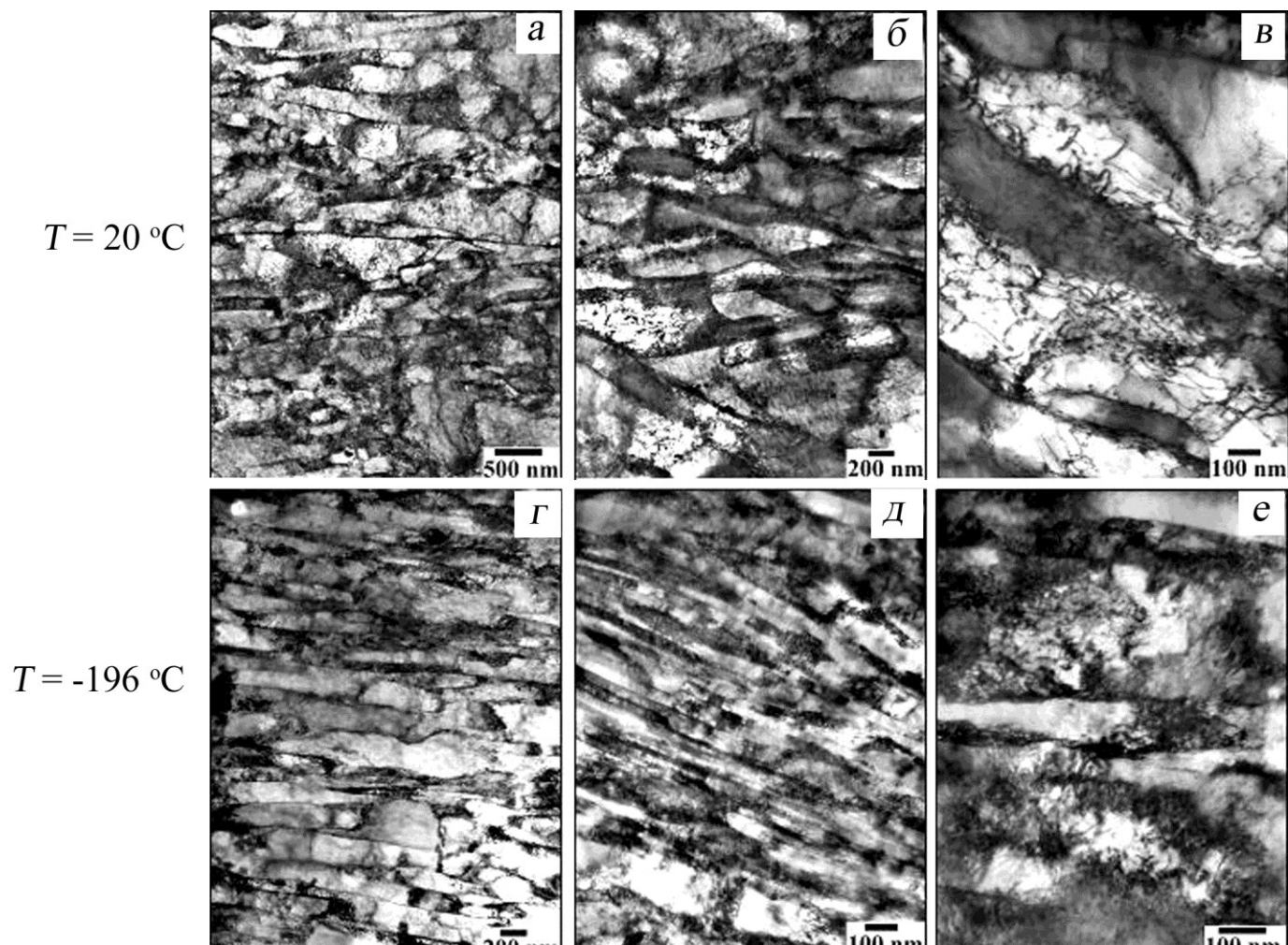


Рис. 6. Тонкая структура после деформации при комнатной (*a–в*) и при криогенной (*г–е*) температуре. Направление осадки вертикальное

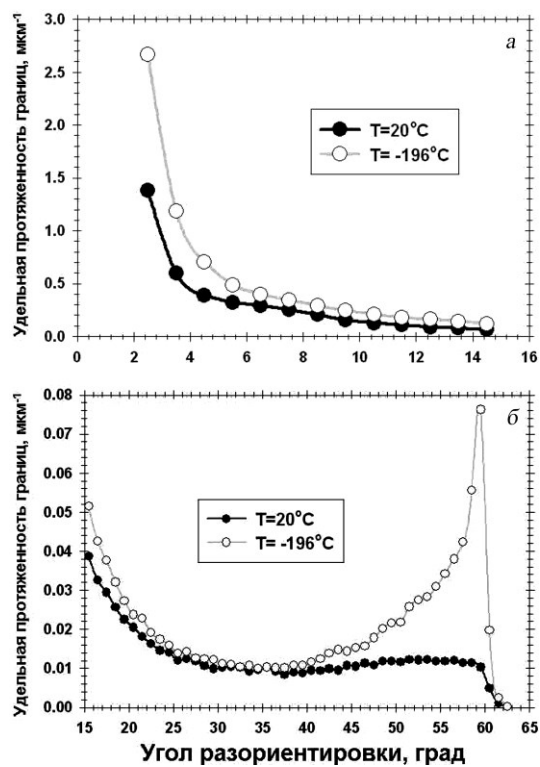


Рис. 7. Распределения границ по углам разориентировки:

а – малоугловые границы (шаг сканирования 0,1 мкм); *б* – большеугловые границы (шаг сканирования 0,5 мкм)

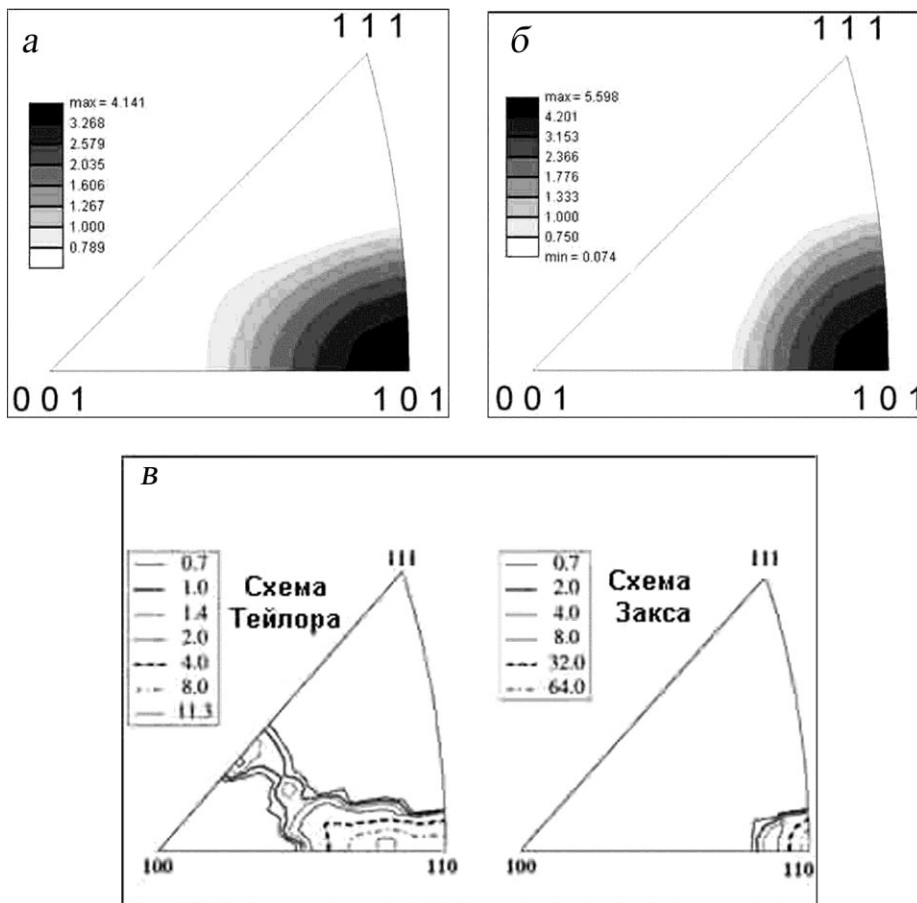


Рис. 8. Обратные полюсные фигуры для направления сжатия:
 а, б – осадка при комнатной и криогенной температуре соответственно; в – теоретически рассчитанная текстура для схемы Тейлора и Закса [20]