

Микроструктура и свойства метастабильных наноструктурных сплавов, полученных интенсивной пластической деформацией

В.В. Столяров

ФГБУН «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН»

101000, Россия, Москва, Малый Харитоньевский пер., 4

vlstol@mail.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2025.17.190

Аннотация: Приведен краткий литературный обзор зарубежных исследований и собственных экспериментальных данных по применению интенсивной пластической деформации методом равноканального углового прессования для формирования ультрамелкозернистой структуры в объемных метастабильных сплавах различной природы. Показано, что такие материалы, вследствие объемных фазовых и структурных превращений (деформационное растворение, искусственное и естественное старение, полиморфные) имеют большой практический потенциал для повышения механических и физических свойств по сравнению с чистыми металлами или твердыми растворами. Рассмотрены структурные особенности и физико-механические свойства конструкционных сплавов на основе алюминия, титана и магнитотвердых сплавов на основе соединения $Nd(Pr)_2Fe_{14}B$ после интенсивной пластической деформации и дополнительного отжига. В алюминиевом сплаве $Al-Fe$ с отсутствием растворимости железа в обычных условиях, интенсивная деформация позволяет растворить до 0,6% Fe , получить композитную структуру икратно повысить прочностные свойства. В технически чистом титане VT1-0 и титановом сплаве VT6, подвергнутых равноканальному угловому прессованию, низкотемпературный постдеформационный отжиг вызывает старение, сопровождающееся повышением микротвердости и прочности. В литом магнитотвердом сплаве $Pr-Fe-B-Cu$ также наблюдается измельчение в процессе равноканального прессования и повышение магнитных гистерезисных свойств.

Ключевые слова: алюминиевый сплав $Al-Fe$, титановые сплавы VT1-0 и VT6, магнитотвердый сплав $Nd-Fe-B-Cu$, равноканальное угловое прессование, постдеформационный отжиг, наноструктура, прочность, намагнитченность, коэрцитивная сила.

Столяров Владимир Владимирович – д.т.н., профессор, главный научный сотрудник, ФГБУН «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН»

Review

Microstructure and properties of metastable nanostructured alloys processed by severe plastic deformation

V.V. Stolyarov

Mechanical Engineering Research Institute of RAS, Moscow, Russia

DOI: 10.26456/pcascnn/2025.17.190

Abstract: A brief literature review of foreign studies and our own experimental data on the use of severe plastic deformation by equal-channel angular pressing for the formation of a nanostructure in bulk metastable alloys of various natures is presented. It is shown that such materials, due to bulk phase and structure transformations (deformation dissolution, artificial and natural aging, polymorphic) have greater practical potential for improving mechanical and physical properties compared to pure metals or solid solutions. The article considers the structural features, physical and mechanical properties of structural alloys based on aluminum, titanium and hard magnetic alloys based on the $Nd(Pr)_2Fe_{14}B$ compound after severe plastic deformation and additional annealing. In the aluminum alloy $Al-Fe$ with the absence of iron solubility under normal conditions, severe deformation allows dissolving up to 0.6% Fe , obtaining a composite structure and increasing the strength properties many times. In commercially pure titanium VT1-0 and titanium alloy VT6 subjected to equal-channel angular pressing, low-temperature post-deformation annealing causes aging, accompanied by an increase in microhardness and strength. In the cast hard magnetic alloy $Pr-Fe-B-Cu$, refinement is also observed during equal-channel pressing and an increase in magnetic hysteresis properties.

Keywords: Al based Al-Fe alloy, Ti based VT1-0 and VT6 alloys, hard magnetic Nd-Fe-B-Cu, equal channel angular pressing, postdeformation annealing, nanostructure, strength, magnetization, coercitivity

*Vladimir V. Stolyarov – Dr. Sc., Professor, Chief Researcher, Mechanical Engineering Research Institute of RAS
ORCID: 0000-0001-7604-3961*

Поступила в редакцию/received: 01.07.2025; после рецензирования/reviced: 30.07.2025; принята/accepted: 31.07.2025.

1. Введение

Исследования последних лет показали, что ультрамелкозернистые (УМЗ) материалы с размером зерен менее 1 мкм, полученные интенсивной пластической деформацией (ИПД), демонстрируют весьма необычные физические и механические свойства [1]. Наиболее привлекательным и популярным, с точки зрения практического применения УМЗ материалов, считается процесс равноканального углового прессования (РКУП). За последнее десятилетие опубликовано большое число обзоров по данной тематике, которые касаются параметров и особенностей метода РКУП [2], выработке стратегии для одновременного повышения прочности и пластичности [3], оценке парадокса прочности и пластичности [4], возможности применения метода РКУП для производства медицинских имплантатов на основе титана [5, 6]. Необходимо отметить, что среди упомянутых работ большая часть исследований по РКУП касается либо чистых металлов [4-6], либо твердых растворов на их основе [1-3]. Однако особый интерес представляют метастабильные сплавы, поскольку в них можно сформировать неравновесные структурные состояния и тем самым существенно повысить ряд свойств не только за счет измельчения структуры, но и изменения фазового состава [7, 8]. В этих работах показано, что метод интенсивной пластической деформации кручением под высоким давлением (ИПДК) при комнатной температуре является наиболее эффективным с точки зрения получения УМЗ структуры в однофазных сплавах. В сплавах на интерметаллидной основе или в пересыщенных твердых растворах, а также в многофазных сплавах могут быть достигнуты даже аморфизация структуры и повышенные механические, магнитные и другие физические свойства. Однако этот метод достаточно просто реализуется только для образцов малого размера, около 20 мм в диаметре и 1 мм толщиной. Используя этот же подход, но другой метод интенсивной пластической деформации — равноканальное угловое прессование (РКУП), можно получать объемные заготовки с УМЗ или наноструктурой, которые весьма перспективны для промышленного применения.

В настоящей работе приведены результаты по получению методом РКУП метастабильных УМЗ сплавов на основе алюминия [7, 9], титана [10-12] и интерметаллидного соединения $Nd(Pr)_2Fe_{14}B$ [13, 14].

2. Материалы и методы эксперимента

В работе рассматриваются метастабильные материалы, способные к изменению фазового состава в процессе деформации, термической обработки или того и другого одновременно. Сплав $Al - 5 \text{ вес.}\% Fe$ при комнатной температуре практически не имеет растворимости железа в алюминии и поэтому в литом состоянии не подвергается традиционной упрочняющей термической или термомеханической обработкам. Сплав приготовлен в виде слитков $\varnothing 30 \times 85$ мм плавлением чистого алюминия и карбонильного железа в стальном тигле при 1100°C в течение 2 ч. Перед РКУП слитки механически обрабатывали на размер $20 \times 20 \times 85$ мм³. РКУП выполнено в оснастке с каналами прямоугольного сечения, пересекающимися под углом 90° . Прессование выполняли при комнатной температуре и постоянной скорости 2 мм/с, используя маршрут V_c и максимальное число проходов 16. Особенностью процесса было создание регулируемого и измеряемого противодействия, максимальная величина которого составила 275 МПа. Детали РКУП процесса описаны в [7, 9]. Эффекты старения исследовались после нагрева образцов в печи сопротивления на воздухе при температуре 175°C путем измерения микротвердости и механических испытаний на растяжение. Общая длина и рабочая часть образца для растяжения составляли 20 и $5 \times 3 \times 1$ мм³, соответственно. Удлинение определяли, измеряя длину образца после разрыва с помощью оптического микроскопа. Образцы для исследований структуры, микротвердости и механических свойств были вырезаны из центральной части заготовок в продольном сечении. Структурные исследования выполнены с применением методов оптической, растровой и просвечивающей микроскопии, а также рентгеноструктурного анализа.

Титановые сплавы ВТ1-0 и ВТ6 использовали в горячепрессованном отожженном состоянии в виде прутков $\varnothing 20 \times 100$ мм. Процесс РКУП для сплава ВТ1-0 выполнен в оснастке с углом пересечения каналов 90° в интервале температур $450-400^\circ\text{C}$ за восемь проходов по маршруту V_c и подробно описан в работе [10]. Процесс РКУП для сплава ВТ6 выполняли в неизотермическом режиме при температуре заготовки 700°C за 13 проходов и угле пересечения каналов 135° [11, 12].

Магнитно-твердый сплав $Pr_{20}Fe_{73,5}B_5Cu_{1,5}$ получен в виде слитков размером $\varnothing 13 \times 110$ мм³ в гомогенизированном состоянии. Известно, что деформируемость сплавов $Pr - Fe - B - Cu$ резко увеличивается при повышенных температурах, что связано с появлением жидкой эвтектики в интервале температур $600-700^\circ\text{C}$ [13]. В связи с этим РКУП выполняли в нагретой до 450°C оснастке, в которую вставляли образец, нагретый до 600°C . [14]. Для предотвращения окисления и возможного растрескивания

в процессе РКУП слитки помещались в металлическую оболочку. РКУП проводили в пересекающихся под углом 110° каналах $\varnothing 20$ мм. Скорость прессования составляла 6 мм/с. Число проходов было ограничено $n = 1$, что соответствовало истинной деформации $e = 0,8$. Отжиг образцов проводили в вакуумной печи при 600°C в течение 30 мин. После прессования образцы освобождали от оболочки для проведения структурных исследований и магнитных измерений. Магнитные измерения выполняли на образцах сферах ($\varnothing 2$ мм) на вибромагнитометре в максимальном поле 25 кЭ. Перед измерением образец намагничивался в импульсном поле 70 кЭ.

3. Экспериментальные результаты

Сплав $Al - 5 \text{ вес.}\% Fe$. На рис. 1 а, б показаны типичные структуры сплава в поперечном сечении до и после РКУП, наблюдаемые в оптический микроскоп [7]. Структура литого сплава (см. рис. 1 а) состоит из алюминиевой матрицы (85%) и алюминидов $Al_{13}Fe_4$ (15%), образовавшихся из жидкой фазы (крупные, 10×80 мкм) и эвтектических мелких (около 2 мкм). РКУП литого сплава приводит к измельчению алюминидов обоих типов и к более однородному (по форме и размерам) формированию частиц второй фазы (см. рис. 1 б). Зеренная микроструктура матричной фазы из-за сильного измельчения не видна в оптический микроскоп.

Полученная после РКУП структура не имеет эвтектической составляющей и выглядит как металломатричный композит с интерметаллическими частицами, однородно распределенными в пластичной металлической матрице. Однородная равноосная УМЗ структура со средним размером зерен матричной фазы 325 нм формируется в сплаве в процессе РКУП (см. рис. 1 в). Плотность решеточных дислокаций невысокая, а дифракционная картина подтверждает наличие зёрненной микроструктуры, преимущественно с высокоугловыми границами зерен. Большинство границ не имеют четкого контраста из-за высокого уровня внутренних напряжений.

В Таблице 1 приведены результаты рентгеноструктурного анализа (РСА) по линии (331) сплава до и после РКУП, а также данные для образца, полученного ИПДК, и образца, отожженного после РКУП. Анализ пиков матричной фазы в литом сплаве и их сравнение с чистым алюминием показали, что они идентичны. Это свидетельствует об отсутствии растворимости железа в решетке алюминия исходного сплава, что находится в соответствии с равновесной фазовой диаграммой $Al - Fe$ [15].

Упругие искажения вносят наибольший вклад в уширение

рентгеновских пиков деформированного сплава. Величина упругих искажений в отожженном сплаве ниже, чем в сплаве после РКУП и в литом состоянии. Четко зафиксированный сдвиг линии (331) в область более высоких углов в образце после РКУП указывает на уменьшение периода решетки сплава по сравнению с литым состоянием на 0,00026 нм. Поскольку напряжения первого порядка отсутствуют (это было подтверждено специальной съемкой в трех положениях образца), сделан вывод, что это может быть связано только с повышенным содержанием железа.

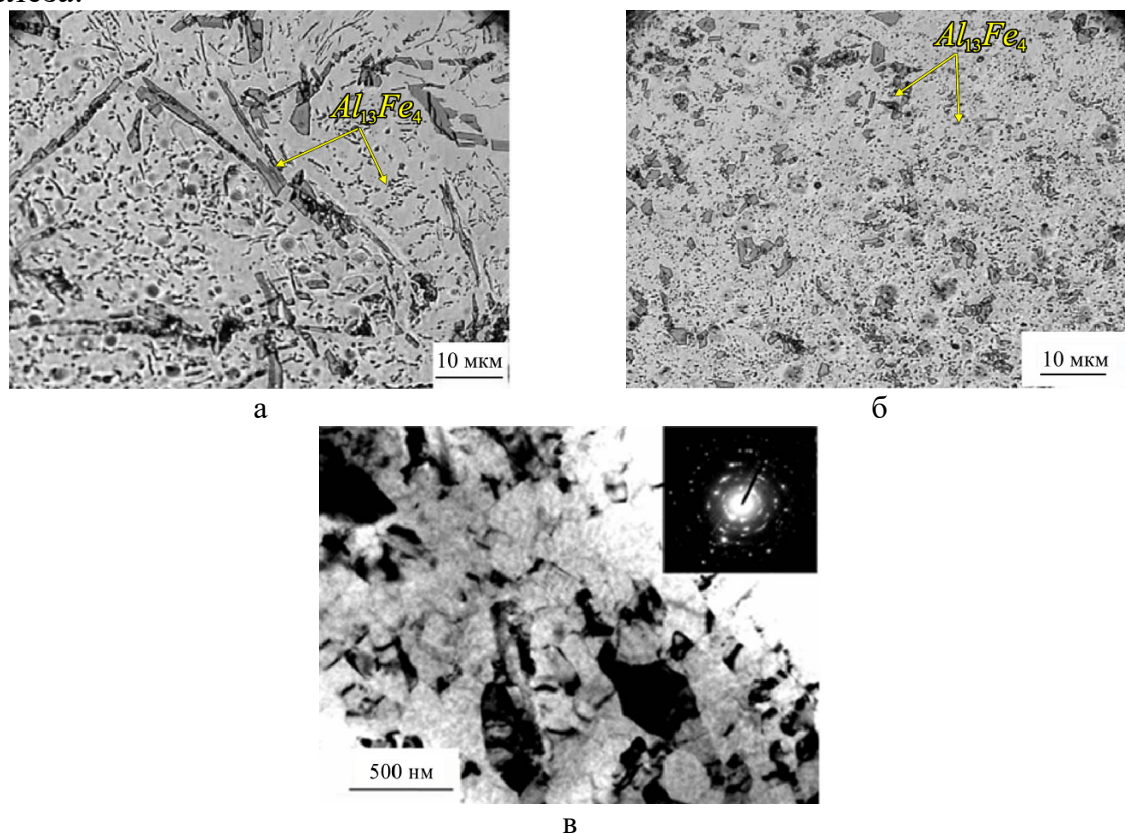


Рис. 1. Оптические и ПЭМ изображения микроструктуры в поперечном сечении сплава $Al - Fe$ до (а, б) и после (в) РКУП [7].

Таблица 1. Результаты РСА образцов сплава $Al - 5\% Fe$ в разных состояниях.

Вид обработки	Упругие искажения, $\cdot 10^{-2} \%$	Полуширина пика, $\cdot 10 < \text{рад}$	Период решетки a , нм
Литье	2,28	13,6	0,40503
РКУП	3,70	22,0	0,40477
РКУП + отжиг 175°C, 4 ч	1,16	6,9	0,40483
ИПДК [9]	14,00	71,0	0,40472

На основе экспериментальной зависимости периода решетки от содержания железа в сплаве, установленной в работе [16], была оценена степень пересыщения матрицы. Максимальное содержание железа в алюминии в результате РКУП сплава составило 0,6%. Отжиг приводит к

увеличению периода решетки a и уменьшению содержания железа до 0,4%, что подтверждает частичный распад пересыщенного твердого раствора, или процесс старения сплава. Аналогичный, но больший по величине эффект растворения железа в алюминии качественно установлен при использовании метода ИПДК [9]. Эффект старения сплава после РКУП подтверждается измерениями микротвердости и испытаниями механических свойств (см. Таблицу 2). Видно, что в термически не упрочняемом сплаве микротвердость и прочностные свойства увеличиваются как в результате РКУП, так и последующего старения. Отмечен 2-3-х кратный суммарный эффект упрочнения от применения комбинированной обработки для различных механических характеристик. Эффект противодавления был использован недавно и для другого алюминиевого сплава АА5083 в форме листа большой толщины [17]. Даже относительно небольшое противодавление (около 10 МПа) тормозит образование трещин на поверхности листа.

Приведенные выше данные для сплава $Al-Fe$ хорошо подтверждаются современными исследованиями по применению РКУП для других метастабильных алюминиевых сплавов. Например, в работе [18] для сплава АК4-1, подвергнутого РКУП, авторы демонстрируют повышение не только механических свойств на растяжение, но и усталостных характеристик по сравнению с традиционной обработкой Т6.

Таблица 2. Механические свойства при растяжении и микротвердость в продольном сечении образца сплава.

Вид обработки	HV	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$ МПа	δ , %
Литье	43	102	70	3,4
РКУП	69	244	216	5,8
РКУП + отжиг 175°C, 4 ч	81	272	257	1,6

Титановый сплав ВТ1-0 представляет собой технически чистый титан, который содержит заметное количество примесей H_2 , O_2 , N_2 , C , Fe и Al , их общее содержание может составлять около 1%. В исходном отожженном состоянии они видны даже на оптическом изображении (см. рис. 2 а), а после деформации РКУП эти примеси находятся в твердом растворе замещения (внедрения) или в виде очень мелких включений, которые структурно не обнаруживаются даже методом просвечивающей электронной микроскопии (см. рис. 2 б). Однако после последующей значительной холодной деформации ($\varepsilon = 48\%$) (см. рис. 2 в) и рекристаллизационного отжига при 500°C они проявляются в виде строчечных дискообразных выделений (см. рис. 2 г) и экстрарефлексов (001) на электронограмме [10].

Исследование термической стабильности образцов сплава ВТ1-0 (см. рис. 3), обработанных методами ИПДК кручением и РКУП в сочетании с

последующей холодной прокаткой, показало, что в интервале температур 200-300°C наблюдается эффект старения (см. рис. 3, кривые 1-3), который наиболее сильно выражен у образца сплава, деформированного кручением, чем у образца после РКУП и у исходного с крупнозернистой структурой.

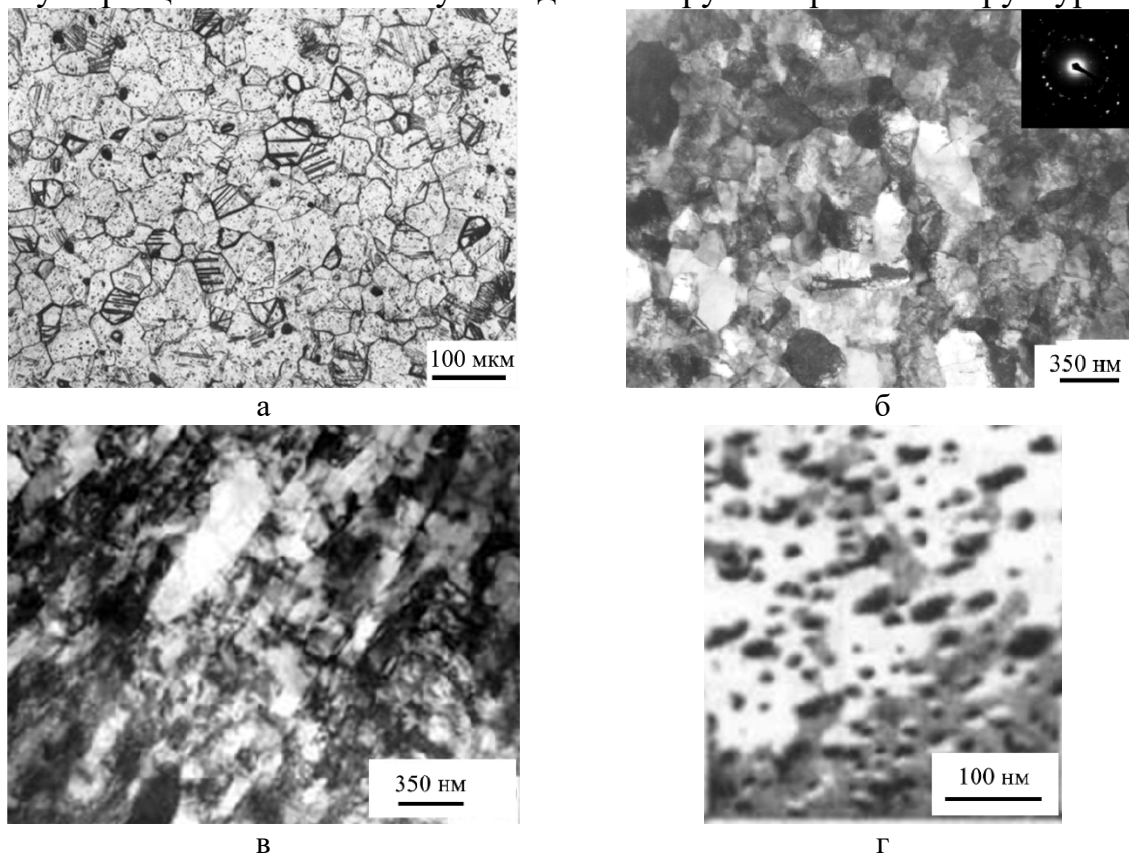


Рис. 2. Микроструктура сплава VT1-0 после разных видов обработки: а – исходный; б – РКУП; в – холодная экструзия (48%); г – отжиг 500°C, 1 час. На вставке б добавлена электронограмма [10].

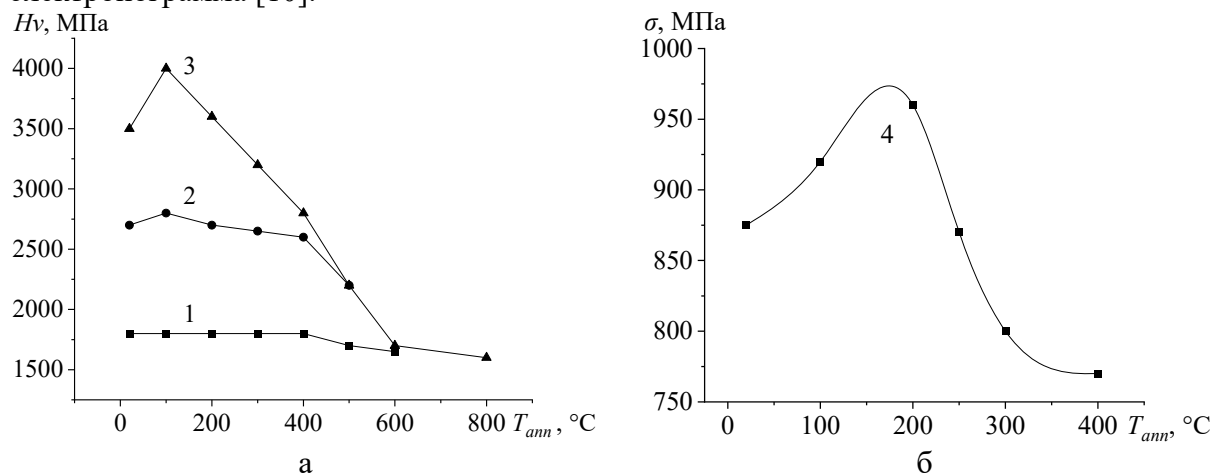


Рис. 3. Влияние температуры отжига T_{ann} на микротвердость (а) и временное сопротивление (б) сплава VT1-0 при длительности: а – 60 мин, 1 – исходный; 2 – РКУП; 3 – ИПДК; б – 15 мин, 4 – холодная прокатка после РКУП (фольга $\delta = 40$ мкм) [10].

Аналогичный эффект наблюдается и при отжиге наноструктурной

(средний размер зерен 40 нм) фольги из титана, полученной холодной прокаткой РКУП сплава (см. рис. 3, кривая 4). При температуре отжига 200°C временное сопротивление сплава резко возрастает, а затем снижается с повышением температуры. Трудность в обнаружении выделений при структурных исследованиях может быть связана с когерентностью частиц при относительно низких температурах отжига и, наоборот, ее (структуры) разрывом при высоких температурах. Таким образом, в технически чистом титане с УМЗ структурой, полученной РКУП, или наноструктурой, полученной последующей холодной деформацией, наблюдаются эффекты старения, которые свидетельствуют о метастабильном состоянии УМЗ титана и возможности его изменения нагревом.

Титановый сплав ВТ6 в исходном состоянии является двухфазным (85% α + 15% β) материалом, в котором размер зерен матричной α -фазы (около 10 мкм) на порядок больше размера частиц β -фазы (см. рис. 4 а). Теплая РКУП деформация (13 циклов при 700°C) формирует УМЗ структуру с сильно неравновесным структурно-фазовым состоянием. Исследования показали, что химический состав фаз сплава после РКУП отличается от равновесного [11]. Светлопольные изображения указывают, что размер зерен α -фазы уменьшается до 0,5 мкм и становится соизмеримым с размером частиц β -фазы (см. рис. 4 б). Микроструктура характеризуется высокой плотностью различных дефектов (дислокаций, границ зерен/субзерен) и высоким уровнем внутренних напряжений.

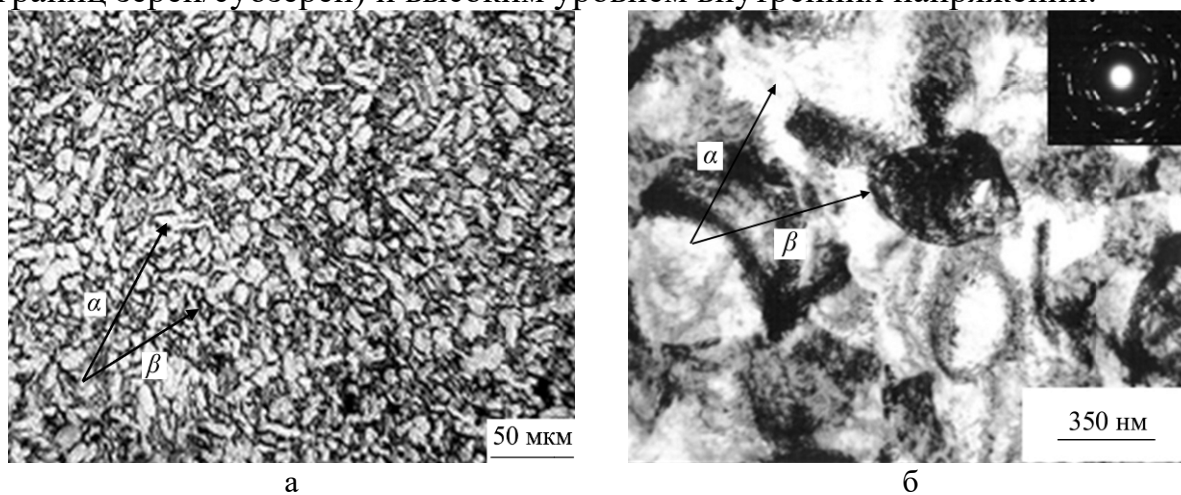


Рис. 4. Микроструктура сплава ВТ6 до (а) и после (б) РКУП и отжига при 650°C, 1 ч (поперечное сечение) [11].

Картина микродифракции, снятая с областей размером 2 мкм², имеет вид колец с равномерно расположенными на них многочисленными рефлексами. Это свидетельствует о формировании УМЗ структуры, содержащей большеугловые границы зерен. Постдеформационный отжиг при температурах ниже температуры РКУП позволяет частично снять

напряжения и повысить деформационную способность сплава, что позволяет применять различные упрочняющие термомеханические обработки.

В Таблице 3 показано влияние вида обработки сплава ВТ6 на механические свойства.

Таблица 3 Механические свойства сплава ВТ6 в разных состояниях.

Состояние	Обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %
1	Исх. (горячее прессование)	970	900	20
2	РКУП (700°C, 13 проходов)	1160	1110	12
3	РКУП + отжиг 650°C, 1 ч	1140	1100	8
4	РКУП + осадка (600°C, 55%)	1450	1420	11

Примечание: 1,2,3 – образцы $\varnothing 5 \times 25$ мм, 4 – образцы сечением $2,5 \times 7$ мм и $l_0 = 5$ мм.

Комбинация РКУП и последующей ТМО позволяет повысить прочностные характеристики сплава по сравнению с исходным состоянием в 1,5 раза. Подобное увеличение прочности связано как со структурным измельчением, так и с фазовыми превращениями при ИПД и нагреве.

Сплав для постоянных магнитов $Pr_{20}Fe_{73,2}B_{5,3}Cu_{1,5}$. Фазовый состав и микроструктура литых сплавов $Pr-Fe-B-Cu$ достаточно хорошо изучены [13, 14]. Зерна магнитно-твердой интерметаллидной фазы $Pr_2Fe_{14}B$ размером до 20 мкм, вытянутые в радиальном направлении, соответствующем направлению кристаллизации, занимают 80% объема, а межзеренное пространство заполнено парамагнитной эвтектикой $Pr-PrCu$ (см. рис. 5 а). Традиционное РКУП приводит к существенному механическому измельчению структуры и устранению анизотропии формы зерен основной фазы (см. рис. 5 б). Средний размер зерен фазы $Pr_2Fe_{14}B$ уменьшается до 4 мкм. Однако структура неоднородна как по форме и размеру зерен основной фазы, так и по распределению парамагнитной фазы. Так, размер зерен находится в интервале 1-10 мкм, границы зерен дефектны, а парамагнитная фаза по границам соседних зерен часто отсутствует.

Отжиг РКУП образца при температуре 600°C в течение 20 мин, по-видимому, является рекристаллизационным и переводит структуру в более однородное состояние, когда зерна свободны от дислокаций, имеют более округлую форму, их средний размер незначительно увеличился, а вторая фаза, богатая празеодимом, равномерно распределена между зернами в виде межзеренных прослоек.

Структурные изменения в процессе РКУП и последующего отжига обуславливают значительное изменение магнитных характеристик сплава. Гистерезисные свойства и кривые размагничивания для сплава в литом (гомогенизированном), деформированном и отожженном после РКУП

состояниях представлены в Таблице 4 и на рис. 5. Видно, что коэрцитивная сила, остаточная и удельная намагниченности повышаются после РКУ-прессования и особенно сильно после дополнительного отжига.

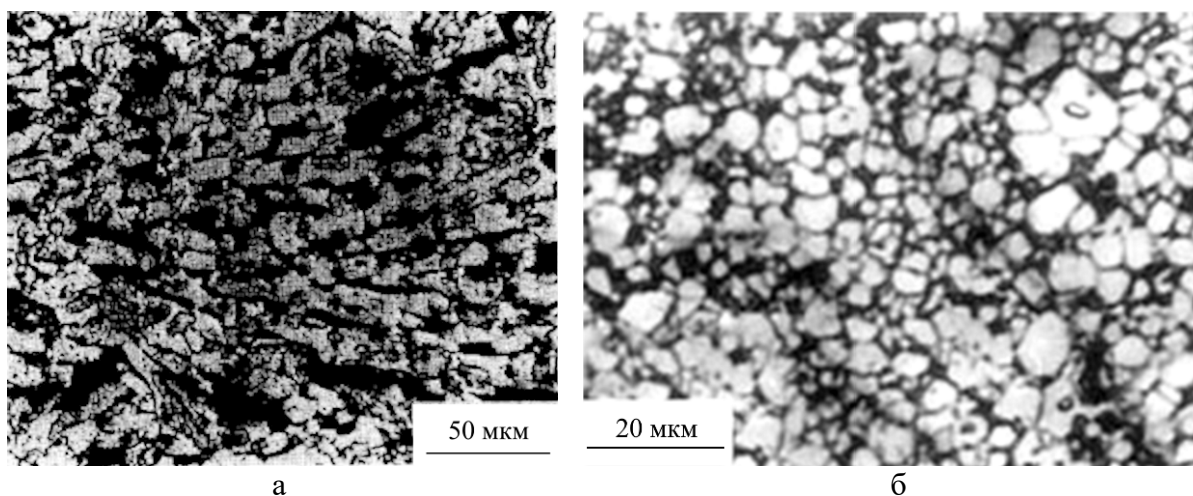


Рис. 5 Микроструктура литого сплава $Pr_{20}Fe_{73,2}B_{5,3}Cu_{1,5}$ до (а) и после (б) РКУП при $600^{\circ}C$ [13, 14].

Таблица 4. Коэрцитивная сила (H_c), остаточная намагниченность (σ_r) и удельная намагниченность (σ_m) образцов сплава $Pr_{20}Fe_{73,2}B_{5,3}Cu_{1,5}$ в разных состояниях.

Обработка	H_c , кЭ	σ_r , Гс · см ³ /Г	σ_m , Гс · см ³ /Г
Гомогенизация слитка	3,9	60,5/	90,0
РКУП при $600^{\circ}C$ (1 проход)	5,8	84,9	105,2
РКУП + отжиг при $600^{\circ}C$, 30 мин	15,5	96,2	106,0

На коэрцитивную силу сплава влияют два структурных фактора: размер зерен и дефектность границ. Чем меньше средний размер зерна и лучше зерна изолированы одно от другого межзеренной парамагнитной прослойкой, тем выше значения H_c . В процессе механического разрушения зерен фазы $Pr_2Fe_{14}B$ при РКУП их размер уменьшается, но на границах возникает много дефектов. Это факт наряду с наличием множества конгломератов слипшихся зерен является основной причиной незначительного повышения H_c в деформированных сплавах. Залечиванию возникающих при РКУП дефектов зерен фазы $Pr_2Fe_{14}B$ способствует дополнительный отжиг, что приводит к наблюдаемому увеличению H_c . Отжиг способствует также равномерному заполнению межзеренного пространства эвтектической жидкостью и соответственно улучшению магнитной изоляции зерен. Этот факт для УМЗ сплава, полученного РКУП, был впервые обнаружен в работах [13, 14].

Причиной повышения остаточной намагниченности могут быть кристаллографическая и металлографическая текстуры, характерные для

РКУГ. Действительно, более детальными исследованиями структуры и магнитных свойств в разных направлениях прутка из РКУП материала обнаружены вытянутость зерен преимущественно в направлении оси прессования и заметная анизотропия остаточной намагниченности σ_r и удельной намагниченности σ_m . Их величина в поперечном направлении образца РКУП материала стала выше, чем в продольном.

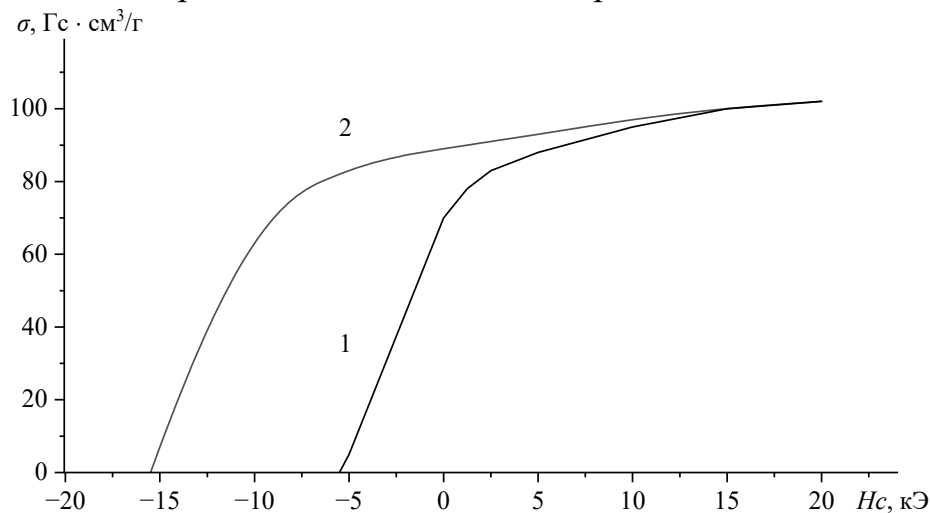


Рис. 6. Кривые размагничивания сплава $Pr_{20}Fe_{73,2}B_{5,3}Cu_{1,5}$ после РКУП (кривая 1) и постдеформационного отжига при 600°C в течение 80 мин (кривая 2) [14].

Из более ранних работ известно, что степень структурного измельчения при использовании многопроходного РКУП значительно выше, чем после одного прохода [14]. Поэтому РКУП как процесс более сильного измельчения структуры и формирования высококоэрцитивного состояния является перспективным. Особенно эффективным оказался модифицированный процесс РКУП-БП с использованием противодействия [19]. Отметим, что при использовании метода ИПДК в этом же сплаве была достигнута рекордная величина $H_c = 20$ кЭ [16].

4. Заключение

Интенсивная деформация методом РКУП позволяет получать объемные УМЗ материалы в разной форме (прутки, листы) из сплавов на основе Al , Ti и соединения $Pr_2Fe_{14}B$. Показана возможность создания в РКУП сплавах метастабильных состояний, характеризующихся сильнонеравновесной УМЗ структурой и изменением фазового состава, обусловленного образованием пересыщенных твердых растворов. При использовании комбинации РКУП и последующих термических и термомеханических обработок удастся варьировать фазовый состав и морфологию структурных составляющих. В результате достигаются необычно высокие физические и механические свойства сплавов.

Библиографический список:

1. **Edalati, K.** Severe plastic deformation for producing superfunctional ultrafine-grained and heterostructured materials: An interdisciplinary review / K. Edalati, A.Q. Ahmed, S. Akrami et al. // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2024. – V. 1002. – Art. № 174667. – 150 p. DOI: 10.1016/j.jallcom.2024.174667.
2. **Baysal, E.** An overview of deformation path shapes on equal channel angular pressing / E. Baysal, O. Koçar, E. Kocaman, U. Köklü // *Metals*. – 2022. – V. 12. – I. 11. – Art. № 1800. – 21 p. DOI: 10.3390/met12111800.
3. **Zhu, Y.T.** Mechanical behavior of bulk nanostructured and heterostructured metals / Y.T. Zhu, R.Z. Valiev // In book: *Comprehensive Structural Integrity*; ed. by M.H. Ferri Aliabad, W.O. Soboyejo, 2nd ed. – Amsterdam: Elsevier – 2022. – V. 8. – P. 162–195. DOI: 10.1016/B978-0-12-822944-6.00073-6.
4. **Alawadhi, M.Y.** Evaluating the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained oxygen-free copper processed by ECAP at room temperature / M.Y. Alawadhi, S. Sabbaghianrad, Y. Huang, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: A*. – 2021. – V. 802. – Art. № 140546. – 10 p. DOI: 10.1016/j.msea.2020.140546.
5. **Mihajlović, D.R.** Coarse to Fine: the role of severe plastic deformation in advancing titanium-based medical implants: A comprehensive review / D.R. Mihajlović, B.I. Međo, I. Lj Cvijović-Alagić et al. // *Journal of Wuhan University of Technology Materials Science*. – 2025. – V. 40. – I. 1. – P. 295-306. DOI: 10.1007/s11595-025-3064-1.
6. **An, B.** In vitro and in vivo studies of ultrafine-grain Ti as dental implant material processed by ECAP / B. An, Z. Li, X. Diao, H. Xin, Q. Zhang Q et al. // *Materials Science and Engineering: C*. – 2016. – V. 67. – P. 34-41. DOI: 10.1016/j.msec.2016.04.105.
7. **Stolyarov, V.V.** Ultrafine-grained Al-5 wt.% Fe alloy processed by ECAP with backpressure / V.V. Stolyarov, R. Lapovok, I.G. Brodova, P.F. Thomson // *Materials Science and Engineering: A*. – 2003. – V. 357. – I. 1-2. – P. 159-167. DOI: 10.1016/S0921-5093(03)00215-6.
8. **Hosokawa, A.** Severe plastic deformation of Nd-Fe-B nanocomposite magnets at room temperature / A. Hosokawa, K. Takagi, T. Kuriwa, Y. Inoue, K. Ozaki // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2019. – V. 473. – P. 51-60. DOI: 10.1016/j.jmmm.2018.10.032.
9. **Stolyarov, V.V.** The aging effect in ultrafine-grained Al-5%Fe alloy produced by severe plastic deformation / V.V. Stolyarov, E.P. Soshnikova, I.G. Brodova et al. // *Physics of Metals and Metallography*. – 2002. – V.93. – I. 6. – P. 74-81.
10. **Stolyarov, V.V.** Production of metastable ultrafine-grained alloys by equal-channel angular pressing / V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev // *Russian Metallurgy (Metally)*. – 2004. – V. 2. – P. 110-115.
11. **Столяров, В.В.** Структура и свойства ультрамелкозернистого титанового сплава ВТ6, полученного РКУП / В.В. Столяров // *Машиностроение и инженерное образование*. – 2010. – Т. 23. – Вып. 2. – С. 30-36.
12. **Valiev, R.Z.** SPD-processed ultra-fine grained Ti materials for medical applications / R.Z. Valiev, V.V. Stolyarov, H.J. Rack, T. C. Lowe // In book: *Medical Device Materials*, ed. S. Shrivastava. – Cleveland: ASM International, Materials Park, 2004. P. 362-367.
13. **Shimoda, T.** Hot-working behavior of cast Pr-Fe-B magnets / T. Shimoda, K. Akioka, O. Kobayashi et al. // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1989. – V. 25. – I. 6. – P. 4099-4104. DOI: 10.1109/20.42535.
14. **Popov, A.G.** Micro-structural and magnetic properties of bulk Pr-Fe-B-Cu permanent magnets prepared by equal channel angular pressing / A.G. Popov, T.Z. Puzanova, A.S. Ermolenko et al. // *Physics of Metals and Metallography*. – 2001. – V. 91. – Suppl. 1. – P. 278-285.
15. **Kattner, R.** Al-Fe (Aluminum-Iron) / R. Kattner, B.P. Burton // In book: *Phase diagrams of binary iron alloys*; ed by H. Okamoto. – Ohio: ASM International, 1993. – P. 12-28.
16. **Mondolfo, L.F.** Aluminum alloys, structure and properties / L.F. Mondolfo. – London: Butterworths, 1979. 986 p.
17. **Gruber, M.** Establishing equal-channel angular pressing (E CAP) for sheet metals by using backpressure: manufacturing of high-strength aluminum AA5083 sheets / M. Gruber, C. Illgen, F. Lichte, et al. // *International Journal of Advanced Manufacture and Technology*. – 2023. – V. 127. I. 7-8. – P. 3481-3495. DOI: 10.1007/s00170-023-11692-8.
18. **Хафизова, Э.Д.** Повышение прочностных и усталостных свойств алюминиевого сплава АК4-1 после интенсивной пластической деформации. Монография / Э.Д. Хафизова, Р.К. Исламгалиев, Е.А. Корзникова. – СПб: Научное издание, 2023. – 120 с.
19. **Popov, A.G.** Microstructure and magnetic properties of R-Fe-B-Cu (R = Pr, Nd) alloys deformed by equal channel angular pressing and subsequent hot upsetting / A.G. Popov, D.V. Gunderov, T.Z. Puzanova et al. // *Physics of Metals and Metallography*. – 2007. – V. 103. – I. 1. – P. 51-57. DOI: 10.1134/S0031918X07010061.

References:

1. Edalati K., Ahmed A.Q., Akrami S. et al., Severe plastic deformation for producing superfunctional ultrafine-grained and heterostructured materials: An interdisciplinary review, *Journal of Alloys and Compounds*, 2024, V. 1002, art. № 174667, 150 p. DOI: 10.1016/j.jallcom.2024.174667.
2. Baysal E., Koçar. O., Kocaman E., Köklü U., An overview of deformation path shapes on equal channel angular pressing, *Metals*, 2022, vol. 12, issue 11, art. № 1800, 21 p. DOI: 10.3390/met12111800.
3. Zhu Y.T., Valiev R.Z. Mechanical behavior of bulk nanostructured and heterostructured metals, *Comprehensive Structural Integrity*, ed. by M.H. Ferri Aliabad, W.O. Soboyejo, 2nd ed. Amsterdam, Elsevier, 2022, vol. 8, pp. 162-195. DOI: 10.1016/B978-0-12-822944-6.00073-6.
4. Alawadhi M.Y., Sabbaghianrad S., Huang Y., Landon T.G., Evaluating the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained oxygen-free copper processed by ECAP at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 802, art. no. 140546, 10 p. DOI: 10.1016/j.msea.2020.140546.
5. Mihajlović D.R., Međo B.I., Li I., et al., Coarse to fine: the role of severe plastic deformation in advancing titanium-based medical implants: A comprehensive review, *Journal of Wuhan University of Technology and Materials Science*, 2025, vol. 40, issue 1, pp. 295-306. DOI: 10.1007/s11595-025-3064-1.
6. An B., Li Z., Diao X., Xin H., et al., In vitro and in vivo studies of ultrafine-grain Ti as dental implant material processed by ECAP, *Materials Science and Engineering: C*, 2016, vol. 67, pp. 34-41. DOI: 10.1016/j.msec.2016.04.105.
7. Stolyarov V.V., Lapovok R., Brodova I.G., Tomson P.F., Ultrafine-grained Al-5 wt.% Fe alloy processed by ECAP with backpressure, *Materials Science and Engineering: A*, 2003, vol. 357, issue 1-22, pp. 159-167. DOI: 10.1016/S0921-5093(03)00215-6.
8. Hosokawa A., Takagi K., Kuriwa T., Inoue Y., Ozaki K., Severe plastic deformation of Nd-Fe-B nanocomposite magnets at room temperature, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2019, vol. 473, pp. 51-60. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.10.032>.
9. Stolyarov V.V., Soshnikova E.P., Brodova I.G. et al., The aging effect in ultrafine-grained Al-5%Fe alloy produced by severe plastic deformation, *Physics of Metals and Metallography*, 2002, vol. 93, issue 6, pp. 74-81.
10. Stolyarov V.V., Valiev R.Z. Production of metastable ultrafine-grained alloys by equal-channel angular pressing, *Russian Metallurgy (Metally)*, 2004, vol. 2, pp. 110-115.
11. Stolyarov V.V., Structura i svoistva ultramelkozernistogo titanovogo splava VT6 poluchennogo RKUP [Structure and properties of ultrafine-grained titanium alloy VT6, equal-channel angular pressing], *Mashinostroenie i inzhenernoe obrazovanie [Mechanical Engineering and Engineering Education]*, 2010, vol. 23, issue 2, pp. 30-36. (In Russian).
12. Valiev R.Z., Stolyarov V.V., Rack H.J., Lowe T.C., SPD-Processed ultra-fine grained Ti materials for medical applications, *Medical Device Materials*, ed. S. Shrivastava. Cleveland, ASM International, Materials Park, 2004, pp. 362-367.
13. Shimoda T., Akioka K., Kobayashi O. et al. Hot-working behavior of cast Pr-Fe-B magnets, *IEEE Transaction on Magnetics*, 1989, vol. 25, issue 6, pp. 4099-4104. DOI: 10.1109/20.42535.
14. Popov A.G., Puzanova T.Z., Ermolenko A.S. et al., Micro-structural and magnetic properties of bulk Pr-Fe-B-Cu permanent magnets prepared by equal channel angular pressing *Physics of Metals and Metallography*, 2001, vol. 91, supplement 1, pp. 278-285.
15. Kattner R., Burton B.P. Al-Fe (Aluminum-Iron), *Phase diagrams of binary iron alloys*, ed by H. Okamoto. Ohio, ASM International, 1993, pp. 12-28.
16. Mondolfo L.F., *Aluminum alloys, structure and properties*. London, Butterworths, 1979, 986 p.
17. Gruber M., Establishing equal-channel angular pressing (ECAP) for sheet metals by using backpressure: manufacturing of high-strength aluminum AA5083 sheets, *International Journal of Advanced Manufacture and Technology*. 2023, vol. 127, issue 7-8, pp. 3481-3495. DOI: 10.1007/s00170-023-11692-8.
18. Khafizova E.D., Islamgaliev R.K., Korznikova E.A., Povyshenie prochnosti i ustalostnykh svoystv alyuminevogo splava AK4-1, poluchennogo intensivnoy plasticheskoi deformaciej [Enhancement of strength and fatigue properties of aluminum based AK4-1 alloy]. Monography. Saint Petersburg, Naukoemkie tekhnologii Publ., 2023, 120 p. (In Russian).
19. Popov A.G., Gunderov D.V., Puzanova T.Z., Raab G.I., Microstructure and magnetic properties of R-Fe-B-Cu (R = Pr, Nd) alloys deformed by equal channel angular pressing and subsequent hot upsetting, *Physics of Metals and Metallography*, 2007, vol. 103, issue 1, pp. 51-57. DOI: 10.1134/S0031918X07010061.