

ПРОБЛЕМЫ И КОНЦЕПЦИИ

УДК 539.21

Г. И. РААБ, Р. З. ВАЛИЕВ**К ВОПРОСУ СОЗДАНИЯ
УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ ОБЪЕМНЫХ
МАТЕРИАЛОВ, ИСПОЛЬЗУЯ
ИНТЕНСИВНУЮ ПЛАСТИЧЕСКУЮ
ДЕФОРМАЦИЮ**

Используя интенсивную пластическую деформацию (ИПД), т. е. большие пластические деформации и высокие приложенные давления, в металлических материалах можно обеспечить условия формирования ультрамелкозернистых (УМЗ) структур, что приводит к проявлению новых свойств этих материалов. Способ равноканального углового прессования (РКУП) в условиях ИПД одним из первых был применен при получении УМЗ материалов. Представлены результаты исследований по развитию РКУП, направленных на формирование УМЗ структур и новых свойств материалов. Основное внимание уделено: 1) получению однородных УМЗ структур в массивных объемных заготовках способом РКУП, в том числе и из малопластичных и труднодеформируемых материалов; 2) поиску оптимальных параметров обработки и микроструктурных характеристик, которые приводят к появлению новых уникальных свойств. *Интенсивная пластическая деформация; равноканальное угловое прессование; объемные ультрамелкозернистые материалы; прочность; пластичность*

**Рааб
Георгий Иосифович**

зав. лабораторией НИЧ Института физики перспективных материалов УГАТУ. Дипл. инж.-механик (УАИ, 1977). Канд. техн. наук по обработке металлов давлением (Челябинск, 2000). Исследования в области создания ультрамелкозернистых и наноструктурных объемных материалов, используя методы интенсивной пластической деформации.

**Валиев
Руслан Зуфарович**

профессор, зав. кафедрой общей физики, научный руководитель Института физики перспективных материалов УГАТУ. Член-корреспондент АН РБ. Дипл. инж.-металлург (УПИ, 1971). Д-р физ.-мат. наук (ИМ АН СССР, 1984). Заслуженный деятель науки РФ и РБ. Исследования в области получения объемных наноструктурных материалов.

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы использование метода интенсивной пластической деформации для получения объемных металлов и сплавов в наноструктурном (размер зерен $d < 100$ нм) или в УМЗ ($d \approx 100-1000$ нм) состояниях становится одним из наиболее актуальных направлений развития современных материаловедения и обработки металлов давлением (ОМД) [1-4]. Материалы в таких структурных состояниях и с новыми свойствами рассматриваются как перспективные конструкционные и функциональные материалы следующего поколения металлов и сплавов.

Известно, что пластическая деформация может оказывать существенное влияние на микроструктуру и свойства материалов. Например, при интенсивной прокатке или протяжке с большими степенями деформации происходит измельчение микроструктуры и формирование ячеек, субзерен и фрагментов, что часто приводит к определенному повышению их прочностных характеристик [5-7]. Однако материалы, подвергнутые большим деформациям этими традиционными способами ОМД, особенно при температурах ниже температуры рекристаллизации, обычно обладают пониженной пластичностью, что крайне негативно сказывается на перспективе их применения. Компактирование мелкодисперсных порошков с целью получения объемных УМЗ материалов также не приводит к положительным результатам. Такие материалы, как правило, имеют остаточную пористость порядка 0,5-1%, обладают очень низкой пластичностью и даже бывают хрупкими [8]. В этой связи понятен растущий интерес к УМЗ материалам и развитию новых способов ОМД, позволяющих формировать УМЗ структуры, например в стандартном сортовом прокате, и, как результат, пластифицировать материалы и приводить к новым физическим и повышенным механическим свойствам.

Таковыми способами ОМД являются РКУП и кручение под высоким давлением, которые впервые были использованы для получения УМЗ металлов и сплавов [9-11]. Несмотря на активное развитие в последние годы новых схем интенсивной деформации (всестороннейковки [12], прокатки с наложением и твердофазным соединением листов [13], специального циклического деформирования [14] и ряда других (см., например, [2]), способ РКУП в условиях ИПД остается наиболее широко исследуемым. Это связано также с тем, что намечились пути создания высокоэффективных процессов РКУП, в частности, для получения длинномерных и штучных УМЗ прутков и листовых заготовок [15-17], что может обеспечить его широкое практическое использование.

Способ РКУП с целью упрочнения металлов был разработан В. М. Сегалом и его сотрудниками еще в 1970-х годах [18, 19]. Эти работы явились развитием известного в ОМД способа поперечно-углового прессования. Однако впервые возможность получения УМЗ металлов и сплавов с помощью РКУП была продемонстрирована лишь в начале 90-х годов [9-11]. Дело в том, что получение УМЗ структур способом РКУП или другими, используя ИПД, является нетривиальной задачей, лежащей на стыке физического материаловедения и обработки металлов. Решение этой задачи требует специальных экспериментальных и теоретических исследований механики пластического течения, тщательной аттестации формирующихся УМЗ структур, передовых научных и технической подходов при определении технологических параметров обработки материалов.

В настоящей статье представлен обзор результатов недавних исследований по развитию РКУП для получения УМЗ металлов и сплавов, выполненных в Институте перспективных материалов УГАТУ совместно с российскими и зарубежными коллегами. Основное внимание уделено следующим двум вопросам:

- получению однородных УМЗ структур РКУП в объемных большеразмерных заготовках из различных металлических материалов, включая труднодеформируемые металлы, такие как W, Ti и его сплавы;
- определению режимов и параметров обработки и микроструктурных характеристик, которые приводят к значительному улучшению свойств.

ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗВИТИЕ СПОСОБА РКУП

Как уже было отмечено, наряду с кручением под высоким давлением (рис. 1, а), РКУП (рис. 1, б) относится к числу способов, которые были использованы в пионерских работах по получению УМЗ структур в металлах и сплавах [9-11] в условиях ИПД. Основными преимуществами способа РКУП являются реализация в процессе деформирования локальной сдви-

говой деформации и ее однородный характер в объеме всей заготовки для стадии устойчивого течения материала. Локализация деформации при этом обеспечивает низкие энергосиловые параметры процесса, а однородная деформация — структурную однородность и повторяемость. В последние годы этот способ получил дальнейшее развитие.

Как известно, наиболее дисперсные УМЗ структуры с размером зерен около 100 нм и менее [3, 9] могут быть получены интенсивной пластической деформацией кручением (рис. 2, а). Однако получаемые образцы имеют небольшие геометрические размеры в форме дисков диаметром от 10 до 20 мм и толщиной 0,2÷0,5 мм, поэтому этот способ используется преимущественно в исследовательских целях.

Для РКУП даже в ранних экспериментах использовались значительно более крупные исходные заготовки длиной от 70 до 100 мм с круглым или квадратным поперечным сечением. Диаметр поперечного сечения заготовок или их диагональ достигали 20 мм. При этом возможность получения объемных УМЗ заготовок открывала перспективу их промышленного применения. В то же время следует отметить, что до сих пор остается проблемой получение этим способом заготовок в наноструктурном состоянии.

ИПД способом РКУП осуществляется путем многоциклового обработки одной заготовки в оснастке, имеющей два канала с одинаковыми поперечными сечениями [15], пересекающимися обычно под углом 90° (рис. 1, б). Каждый цикл прессования, при наиболее часто используемом для пластичных и чистых металлов угле пересечения каналов, равном 90°, соответствует накопленной истинной степени деформации, примерно равной 1 [4, 19]. В случае труднодеформируемых и малопластичных материалов деформация осуществляется при повышенных температурах и/или при увеличенных углах пересечения каналов [20, 21]. При этом особые требования предъявляются к термостойкости и прочности оснастки. Увеличение угла пересечения каналов позволяет управлять интенсивностью деформации в диапазоне от $e = 1$ до $e = 0,5$ и за счет этого привести в соответствие интенсивность воздействия и деформируемость материала.

Способом РКУП сильное измельчение микроструктуры с размерами фрагментов менее 1 мкм может быть достигнуто относительно легко уже после одного или нескольких циклов как в чистых металлах, так и в сплавах. Однако обеспечение формирования однородных УМЗ структур с большеугловыми границами зерен методом РКУП требует заметно большего числа циклов обработки (как правило, 8 и более) (рис. 2, б). Свидетельством формирования УМЗ структур могут служить снимки электронной микродифракции с отдельных участков, на которых многочисленные дифракционные пятна, расположенные вдоль колец, указывают на появление высоких разориентировок в структуре. Использование таких со-

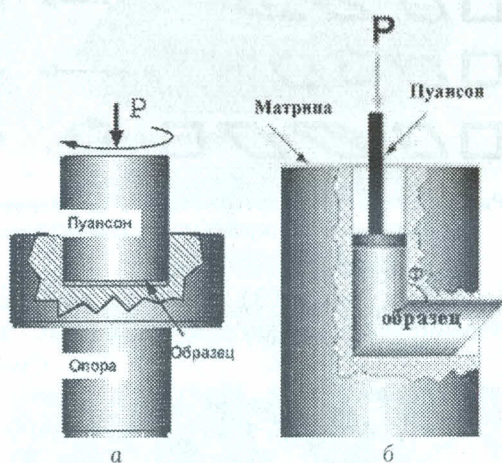


Рис. 1. Схемы методов интенсивной пластической деформации: а — кручение под высоким давлением; б — РКУП

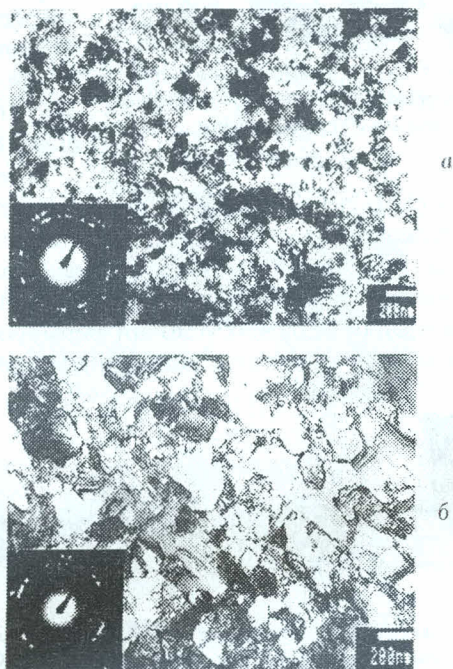


Рис. 2. Электронная микроскопия структуры УМЗ Si, полученной ИПД кручением под высоким давлением ($P = 6$ ГПа, 5 оборотов) (а) и РКУ прессованием (12 проходов, маршрут B_C) (б)

временных способов электронной дифракции, как микроскопия ориентационных изображений или дифракция электронов обратного рассеяния, является наиболее надежным свидетельством появления преимущественно большеугловых границ зерен после многоциклового РКУП [22].

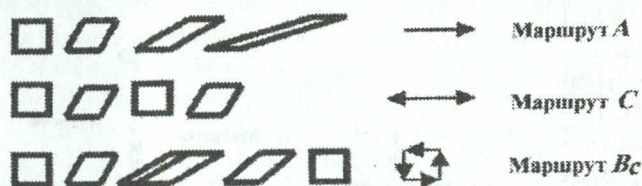


Рис. 3. Схема изменения геометрии элементарного объема заготовок при разных маршрутах прессования

маршрута B_C (рис. 3). При этом заготовка перед каждым последующим циклом обработки поворачивалась в одном и том же направлении вокруг своей продольной оси на угол 90° .

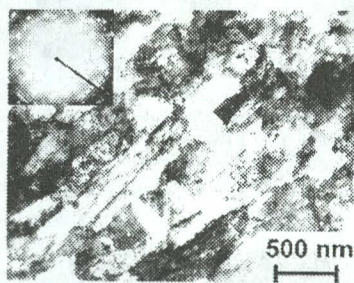


Рис. 4. Электронная микроскопия структуры УМЗ титана, полученная РКУП по маршруту А

Сравнительные исследования РКУП по маршруту А показали, что при обработке по этому маршруту в заготовках формируется механическая текстура с вытянутыми зернами (рис. 4). Анализ параметров сдвига для разных маршрутов обработки указывает на то, что использование маршрута B_C приводит к восстановлению исходной формы изначально кубического элемента образца до прессования после $4n$ (n — целое число) циклов обработки (см. рис. 3). Это способствует формированию однородной равноосной структуры [4]. Аналогичные исследования влияния маршрутов РКУП на микроструктуру чистого Тi также свидетельствуют о предпочтительности использования маршрута B_C с точки зрения формирования более равноосной зеренной структуры с меньшими искажениями формы и улучшенного качества поверхности заготовок [23, 24].

Реальная оценка напряженно деформированного состояния (НДС) в очаге деформации также является важным фактором для процесса РКУП. Использование для этих целей экспериментального и/или компьютерного моделирования даёт возможность получить количественные характеристики параметров НДС и контактных напряжений между образцом и стенками оснастки. Количественные данные такого анализа полезны для оценки реальных условий формирования УМЗ структуры и являются исходными данными для проектирования и модификации оснастки, используемой для РКУП.

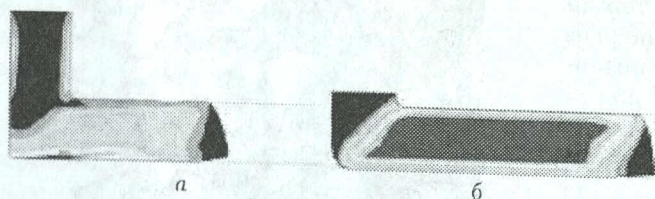


Рис. 5. Картинки, иллюстрирующие характер распределения интенсивности пластических деформаций при РКУП Cu для разных значений коэффициента трения k : $k = 0,2$ (а); $k = 0$ (б) [19]

В результате исследований выявлена зависимость однородности деформации от параметров обработки и геометрии оснастки [21]. Обнаружена существующая зависимость распределения пластической деформации от величины радиусов сопряжения каналов и от условий трения между заготовкой и оснасткой, при этом уменьшение величины радиусов сопряжения и снижение коэффициента трения приводят к более однородной деформации [25, 21] (рис. 5). Первые эксперименты, направленные на повышение однородности деформации за счет создания противодавления при значительном, на 50%, повышении напряженного состояния, что было несколько неожиданно, тогда как согласно [19] этого следовало ожидать. В итоге, используя результаты моделирования, были разработаны подходы для достижения более однородного деформированного состояния при РКУП за счет оптимизации условий трения и конструктивных особенностей оснастки. Частично эти подходы были исполь-

Известно, что важнейшим параметром процесса при этом также является выбранный маршрут РКУ прессования. Подробные исследования влияния маршрутов РКУ прессования на характер формирующейся микроструктуры проводились для сплавов Al-Mg [4] и чистого Тi [23, 21]. Было показано, что однородная микроструктура формируется в сплавах только после 4–6 циклов обработки в результате использования

зованы при изготовлении новых технологических оснасток и получены массивные заготовки с однородными ультрамелкими зернами из Ti и его сплавов [21]. При этом был достигнут максимальный размер заготовок диаметром 60 мм и длиной 200 мм (рис. 6).

Еще одним из путей, весьма важным для повышения прочности и уменьшения размеров зерен формирующейся УМЗ структуры (рис. 7), а также снижения поврежденности заготовок является применение противодавления при РКУП [26, 27]. При этом противодавление осуществляется за счет подпора при редуционном истечении вязкопластичной среды [26] или подпора жестким пуансоном за счет управляемого гидроцилиндра [27]. Использование такого подхода позволило осуществить РКУП и получить УМЗ состояния таких малопластичных материалов, как закаленные алюминиевые сплавы, некоторые стали [21, 28]. Полученные положительные результаты при использовании противодавления дали возможность осуществлять процесс РКУП даже труднодеформируемых высокопрочных материалов, таких, как вольфрам. На рис. 8 приведен пример повышения технологической пластичности W за счет оптимизации геометрии оснастки и условий трения при многоцикловой обработке РКУП вольфрама [20].

Несмотря на очевидный прогресс в развитии способов РКУП с целью формирования однородных УМЗ структур в массивных заготовках из различных металлов и сплавов, актуальными остаются задачи дальнейшего увеличения размеров образцов с одновременным уменьшением получаемого размера зерен, особенно для малопластичных материалов. В ряд проблем также можно отнести необходимость повышения технологичности и экономической эффективности РКУП, решение которых, как правило, связано с разработкой комбинированных процессов, включающих получение длинномерных или штучных заготовок РКУП и их последующую обработку другими способами ОМД [21, 29, 30].

ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УМЗ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ РКУП

Как свидетельствуют недавние исследования, типично наноструктурные материалы с размером зерен менее 100 нм имеют высокую твердость, но проявляют низкую пластичность во время механических испытаний [31–33]. В этой связи большой интерес представляют недавние открытия, демонстрирующие как чрезвычайно высокую прочность, так и пластичность в некоторых УМЗ материалах, полученных методами интенсивной пластической деформации [34–37]. Такие ИИД материалы, полученные измельчением микроструктуры в массивных заготовках, являются полностью плотными, и их большие геометрические размеры позволяют проводить тщательные механические испытания.

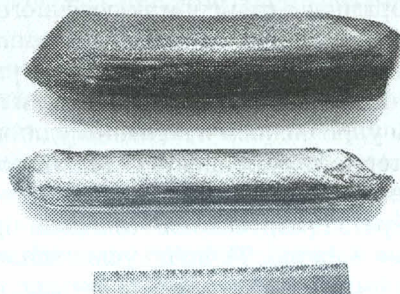


Рис. 6. Объемные УМЗ Ti заготовки, полученные РКУП в ИФПМ УГАТУ

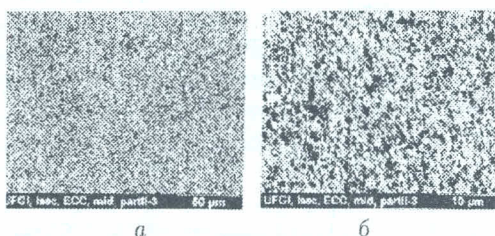


Рис. 7. РЭМ изображения однородной УМЗ структуры в продольном сечении образца Cu, полученного РКУ прессованием с использованием противодавления, при двух разных увеличениях (а, б)

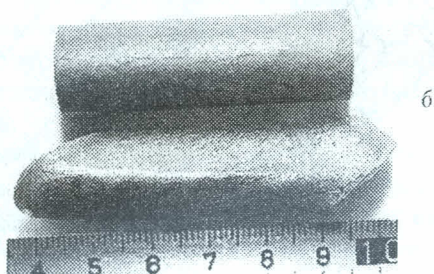
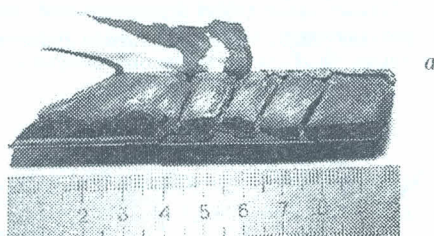


Рис. 8. Вид образцов W после РКУП: а — при использовании обычной оснастки происходит разрушение образца уже после первого прохода; б — до и после многопроходного (8 проходов) РКУП с использованием модернизированной оснастки

Пример исследования таких материалов представлен в работе [34], при этом чистая медь (99,996%) была подвергнута РКУП при комнатной температуре по маршруту B_c с вращением на 90° по часовой стрелке вдоль оси заготовки между циклами обработки (всего 16 циклов).

Прочность и пластичность измеряли с использованием одноосных испытаний на растяжение образцов с размером поперечного сечения 2×1 мм при базе 5 мм. Результаты испытаний меди, которые проводились при комнатной температуре в исходном состоянии и трех состояниях после обработки, показаны на рис. 8. Исходная крупнокристаллическая медь с размером зерен около 30 микрон имела низкий предел текучести, но обладала значительным деформационным упрочнением и большим удлинением до разрушения (пластичностью). Такое поведение характерно для крупнокристаллических металлов. Удлинение до разрушения является количественной характеристикой пластичности и определяется предельной деформацией, при которой образец разрушается. Холодная прокатка меди на 60% значительно увеличивает прочность (кривая 2 на рис. 9), но и существенно снижает пластичность, что типично для механического поведения металлов, подвергнутых пластической деформации [6, 37].

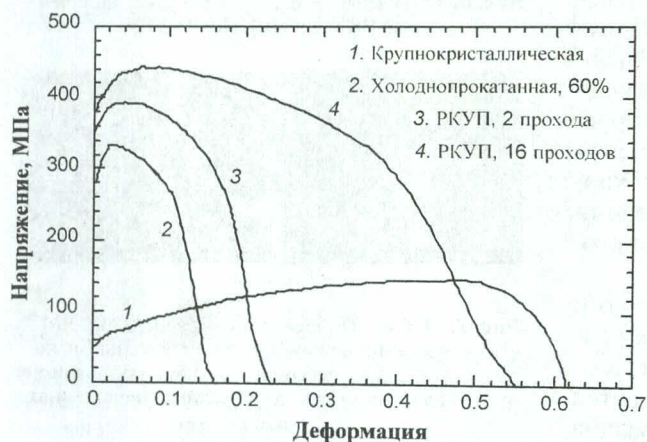


Рис. 9. Кривые напряжения и деформации для Cu, испытанной на растяжение при 20°C и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Условия обработки металла представлены на рисунке

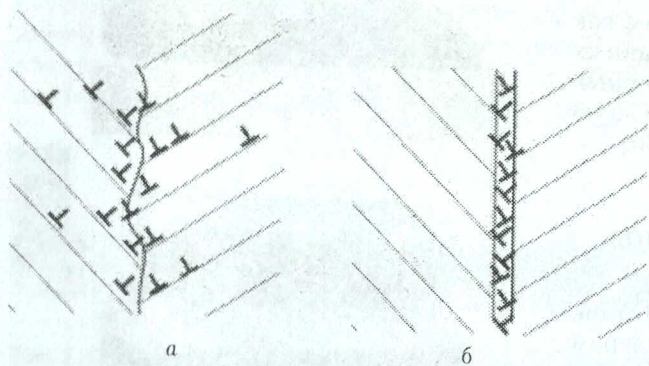


Рис. 10. Схема изменения структуры границ зерен после ИПД (а) и низкотемпературного отжига (б)

таким образом, увеличивать их неравновесность.

Необычное механическое поведение, обнаруженное в некоторых металлах, подвергнутых ИПД, свидетельствует о принципиальных изменениях механизма деформации после того, как в них произошло формирование УМЗ структуры в результате обработки.

Как известно, перемещение дислокаций и двойникование являются основными механизмами деформации для крупнокристаллических металлов. В УМЗ металлах происходит затруднение зарождения и перемещения дислокаций, что приводит к увеличению прочности. В то же

Эта тенденция характерна и для Cu после РКУ прессования с двумя циклами (кривая 3 на рис. 9). Тем не менее дальнейшее прессование меди с числом циклов до 16 одновременно увеличило как прочность, так и пластичность (кривая 4 на рис. 9). Кроме того, увеличение пластичности является более значительным, чем увеличение прочности. Ранее такие зависимости не наблюдались, поэтому полученные результаты меняют известные представления о механических свойствах металлов, подвергнутых пластической деформации.

Интересно, что подобные закономерности были обнаружены в Ti и некоторых других металлах, которые были подвергнуты ИПД кручением и испытаны на растяжение [33, 36]. В Ti увеличение прочности и пластичности наблюдалось после интенсивной деформации кручением и кратковременных отжигов при температуре ниже 300°C [36]. Как показали исследования с использованием высокоразрешающей электронной микроскопии, эта обработка привела к изменению структуры границ зерен, связанному с перераспределением дислокаций, как показано на рис. 10. Из рисунка видно, что хотя общая интенсивность плотности дислокаций снижается при низкотемпературном отжиге после интенсивной деформации, локальная плотность дислокаций у границ зерен может расти и,

время наличие ультрамелких зерен может способствовать другим деформационным механизмам, например, таким, как зернограничное проскальзывание и вращение зерен, и, следовательно, повышать пластичность. Мы экспериментально наблюдали значительное зернограничное проскальзывание в УМЗ меди, деформированной при комнатной температуре [38]. Повышенная чувствительность к скорости деформации, которая наблюдалась при этом, также указывает на активное зернограничное проскальзывание [39, 40].

Отсутствие существенного деформационного упрочнения на кривых «истинные напряжения–деформации» является еще одним интересным свойством, выявленным во время механических испытаний металлов, полученных методами ИПД (см., например, рис. 7). Из механики деформации растяжением известно, что проявление стабильного течения и, следовательно, высокой пластичности тесно связано с деформационным упрочнением. Однако полученные нами экспериментальные данные позволяют полагать, что высокая пластичность УМЗ металлов не связана со значительным деформационным упрочнением. Недавно подобное поведение было обнаружено при растяжении наноструктурной Cu [41], где авторы заключили, что критерии стабильности требуют пересмотра при анализе характера деформации УМЗ материалов. В то же время данные настоящей работы свидетельствуют, что деформация исследуемых ИПД материалов характеризуется повышенной чувствительностью напряжения течения к скорости деформации. Известно, что именно высокая чувствительность напряжения течения к скорости деформации обуславливает сверхпластичность материалов. Очевидно, что при растяжении УМЗ материалов повышенное значение m также способствует увеличению удлинения до разрушения. Увеличение параметра m , в свою очередь, может быть результатом развития зернограничного проскальзывания. Этот факт также хорошо известен из экспериментов по сверхпластичности [40].

Таким образом, при использовании РКУП существует возможность принципиального изменения свойств металлов и сплавов путем формирования в них УМЗ структур, что позволяет реализовать сочетание высокой прочности и пластичности. Исследования такой необычной прочности и пластичности наноструктурных и УМЗ материалов имеют весьма важное как фундаментальное, так и практическое значение. С фундаментальной точки зрения эти исследования интересны для выяснения новых механизмов деформации. С практической стороны создание наноматериалов с высокой прочностью и пластичностью может резко повысить их усталостную прочность, ударную вязкость, снизить температуру хрупко-вязкого перехода [42, 43]. Как известно, именно усталость, более других факторов, часто снижает срок службы и, следовательно, область применения многих перспективных материалов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты исследований последних лет показали, что РКУП может успешно применяться для получения однородных УМЗ микроструктур в различных металлических материалах. Недавние разработки этого метода ИПД позволили увеличить размеры заготовок, подвергающихся интенсивной деформации, и увеличить номенклатуру материалов, в которых удастся сформировать УМЗ структуру. В частности, было продемонстрировано успешное применение РКУ прессования для малопластичных и труднодеформируемых металлов и сплавов, например, таких, как вольфрам, титан и его сплавы. Разработаны новые высокоэффективные схемы РКУП для получения длинномерных и штучных заготовок.

В настоящей работе было также продемонстрировано, что РКУ прессование может привести к проявлению в металлах и сплавах микроструктурных особенностей и свойств, принципиально отличающихся от тех, которые проявляются при использовании традиционных методов обработки — прокатки или экструзии. Используя результаты наших недавних исследований, мы рассмотрели примеры достижения исключительно высокой прочности и пластичности, которые могут появляться в металлах после РКУ прессования в результате формирования особых УМЗ микроструктур.

Полученные результаты открывают путь для практических разработок по использованию УМЗ металлов и сплавов как новых конструкционных материалов следующего поколения [2, 3].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Lowe T. C., Valiev R. Z.** // Proc. of the NATO ARW on Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation. NATO Sci. Series, eds. Kluwer Publ., 80 (2000).
2. **Zhu Y. T., Langdon T. G.** // Ultrafine-Grained Materials II: Proc. of a symp. held during the 2002 TMS Annual Meeting. TMS Publ., USA 2002.
3. **Валиев Р. З., Александров И. В.** Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
4. **Langdon T. G., Furukawa M., Nemoto M., Horita Z.** // JOM. 2000. Vol. 52 (4). P. 30.
5. **Brandes E. A., Brook G. B.** Smithells Metals Reference Book. 7th Edition. Ch. 22. Butterworth-Heinemann Ltd., UK, 1992.
6. **Рыбин В. В.** Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 279 с.
7. **Schmid E., Boas W.** Plasticity of Crystals, with Special Reference to Metals. Chapman and Hall, UK, 1968.
8. **Morris D. G.** Mechanical Behaviour of Nanostructured Materials. Trans. Tech. Publ. LTD, Switzerland, 1998.
9. **Valiev R. Z., Korznikov A. V., Mulyukov R. R.** // Mater. Sci. Eng. 1993. Vol. A186. P. 141.
10. **Valiev R. Z., Krasilnikov N. A., Tsenev N. K.** // Mater. Sci. Eng. 1991. Vol. A137. P. 35.
11. **Ахмадеев Н. А., Валиев Р. З., Копылов В. И., Мулюков Р. Р.** // Изв. РАН. Металлы. 1992. № 5. С. 96.
12. **Салищев Г. А., Валитов В. А., Мухтаров Ш. Х.** // Металлы. 1994. № 3. С. 127.
13. **Saito Y., Tsuji N., Sakai T.** // Acta Mater. 1999. Vol. 47. P. 579.
14. **Zhu Y. T., Huang J.** // Ultrafine-Grained Materials II: Proc. of a symp. held during the 2002 TMS Annual Meeting. TMS Publ., USA, 2002. P. 331.
15. **Raab G. I., Valiev R. Z.** // Цветная металлургия. 2000. № 5. С. 50–53.
16. **Пат. РФ 2181314 / Г. И. Рааб, Р. З. Валиев, Г. В. Кулясов, В. А. Полозовский; Оpubл. Б. И. 2002. № 16.**
17. **Tsuji N., Saito L. S.-H., Minamino Y.** // Матер. конф. NANO SPD2. Вена, Австрия: 2002. С. 479–490.
18. **Сегал В. М., Резников В. И., Копылов В. И. и др.** // Изв. АН СССР. Металлы. 1981. № 1. С. 115.
19. **Сегал В. М., Резников В. И., Копылов В. И. и др.** Процессы пластического структурообразования металлов. Минск: Наука і техника, 1994.
20. **Alexandrov I. V., Raab G. I., Valiev R. Z., Shestakova L. O., et al.** // Proc. of 2000 Int. Conf. on Tungsten, Hard Metals and Refractory Alloys. 2000. Vol. 5. P. 27.
21. **Рааб Г. И.** Развитие способа равноканального углового прессования для получения ультрамелкозернистых материалов: Дис. ... канд. техн. наук. Уфа, 2000.
22. **Zhilyaev A. P., Kim B. P., Nurislamova G. V., Baro M. D., et al.** // Scripta Mater. 2002. Vol. 46. P. 575.
23. **Stolyarov V. V., Zhu Y. T., Alexandrov I. V., Lowe T. C., Valiev R. Z.** // Mat. Sci. Eng. 2001. Vol. A299 (1–2). P. 59.
24. **Raab G. I., Soshnikova E. P., Valiev R. Z.** // Materials Meeting Nano 2002. P. 75–81.
25. **Raab G. I., Alexandrov I. V., Valiev R. Z.** // Scripta Mater. 2001. Vol. 44. P. 1765.
26. **Raab G. I., Krasilnikov N. A., Valiev R. Z.** // The Physics and Technique of High Pressures. 2003. Vol. 13 (4). P. 42–48.
27. **Raab G. I., Krasilnikov N. A., Alexandrov I. V., Valiev R. Z.** // The Physics and Technique of High Pressures. 2000. Vol. 10 (4). P. 73.
28. **Dobatkin S. V.** // Ultrafine-Grained Materials II: Proc. of a symp. held during the 2002 TMS Annual Meeting. TMS Publ., USA, 2002. P. 183.
29. **Stolyarov V. V., Zhu Y. T., Alexandrov I. V., Lowe T. C., Valiev R. Z.** // Mater. Sci. Eng. 2003. Vol. A 343 (1–2). P. 43.
30. **Рааб Г. И., Валиев Р. З., Шолом В. Ю., Абрамов А. Н.** // Кузнечно-штамповое производство. 1999. № 5. С. 20–22.
31. **Weertman J. R.** // Mater. Sci. Eng. 1993. Vol. A166. P. 161.
32. **Shen T. D., Koch C. C.** // Acta Mater. 1996. Vol. 44. P. 753.
33. **Koch C. C., Morris D. G., Lu K., Inoue A.** // MRS Bull. 1999. Vol. 24. P. 54.
34. **Valiev R. Z., Alexandrov I. V., Zhu Y. T., Lowe T. C.** // JMR. 2002. Vol. 17 (1). P. 5.
35. **Valiev R. Z.** // Nature. 2002. Vol. 419. P. 887.
36. **Wang I., et al.** // Nature. 2002. Vol. 419. P. 912.
37. **Valiev R. Z., Sergueeva A. V., Mukherjee A. K.** // Scripta Mater. 2003. Vol. 49. P. 669.
38. **Valiev R. Z., Kozlov E. V., Ivanov Yu. F., et al.** // Acta Metall. Mater. 1994. Vol. 42. P. 2467.
39. **Nie T. G., Wadsworth J., Sherby O. D.** // Superplasticity in Metals and Ceramics. Cambridge Univ. Press, United Kingdom, 1997.
40. **Kaibyshev O. A.** Superplasticity in Commercial Alloys and Ceramics. Springer-Verlag, Germany, 1993.
41. **Champion Y., Langlois C., Guerin-Mailly S., Langlois P., et al.** // Science. 2003. Vol. 300. P. 310.
42. **Hoppel H. W., Valiev R. Z.** // Metallkunde. 2002. Vol. 93. P. 641.
43. **Vinogradov A., Hashimoto S.** // Adv. Eng. Mat. 2003. Vol. 5 (5). P. 351.