

## Особенности формирования микроструктуры в Cu–Cr–Zr–Y бронзе в условиях низкотемпературной обработки трением с перемешиванием

**Никитин Иван Сергеевич**<sup>\*1</sup>, кандидат технических наук, младший научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов

**Калиненко Александр Андреевич**<sup>2</sup>, кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов

**Малофеев Сергей Сергеевич**<sup>3</sup>, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов

**Миронов Сергей Юрьевич**<sup>4</sup>, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов

**Бодякова Анна Игоревна**<sup>5</sup>, кандидат физико-математических наук, научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов

Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород (Россия)

\*E-mail: [nikitin\\_i@bsuedu.ru](mailto:nikitin_i@bsuedu.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5417-9857>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7534-0542>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9145-3723>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2202-1518>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9378-0338>

Поступила в редакцию 15.07.2025

Пересмотрена 26.08.2025

Принята к публикации 09.09.2025

**Аннотация:** Применение обработки трением с перемешиванием (ОТП) для модификации физических и механических свойств термически упрочняемых низколегированных бронз является перспективной и одновременно сложной задачей по причине широкого температурного интервала его осуществления. Сложность в том, что в результате ОТП бронз могут формироваться кардинально разные типы микроструктур с широким диапазоном размеров зерен и различным сочетанием типов упрочняющих фаз и их разнообразных морфологий. Более того, возможны варианты, при которых ОТП приводит к деградации свойств бронз. Благоприятное сочетание свойств может быть достигнуто в результате осуществления низкотемпературной ОТП. В рамках работы проведен анализ основных микроструктурных изменений перспективной Cu–Cr–Zr–Y бронзы при ОТП со скоростью вращения инструмента 1000 об/мин и скоростью подачи 25 мм/мин (обеспечивающих температуру в зоне перемешивания  $\approx 350$  °C) – низкотемпературной ОТП. Методами растровой электронной микроскопии и EBSD-анализа выявлены механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры с преимущественно большеугловыми границами, а также развитие двух типов кристаллографических текстур простого сдвига. Показано, что фаза  $Cu_i(Y,Zr)$ , наблюдающаяся в исходной структуре, может претерпевать механическое разрушение или же сохранять геометрические параметры в зависимости от своей исходной морфологии и расположения. Впервые показано, что избыточные частицы Cr (равновесная доля при температуре нагрева под закалку) могут не разрушаться, а пластически деформироваться с сильным изменением своей морфологии. При ОТП исследуемой бронзы происходит выделение частиц новой Y-содержащей фазы. Рассмотрена взаимосвязь распределения микротвердости и электропроводности с наблюдаемыми изменениями микроструктуры в новом перспективном материале.

**Ключевые слова:** обработка трением с перемешиванием; низколегированные бронзы; рекристаллизация; вторичные фазы; электропроводность.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00628 (<https://rscf.ru/project/24-29-00628/>) с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"».

Статья подготовлена по материалам докладов участников XII Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2025), Тольятти, 15–19 сентября 2025 года.

**Для цитирования:** Никитин И.С., Калиненко А.А., Малофеев С.С., Миронов С.Ю., Бодякова А.И. Особенности формирования микроструктуры в Cu–Cr–Zr–Y бронзе в условиях низкотемпературной обработки трением с перемешиванием // Frontier Materials & Technologies. 2025. № 3. С. 67–80. DOI: 10.18323/2782-4039-2025-3-73-5.

## ВВЕДЕНИЕ

Обработка трением с перемешиванием (ОТП) является одним из методов повышения прочностных характеристик металлических материалов путем модификации микроструктуры преимущественно за счет измельчения зеренной структуры при протекании процессов динамической рекристаллизации. Оптимизация параметров ОТП однофазных сплавов преследует цель достичь сочетания двух основных характеристик: (1) получить бездефектную область и (2) добиться измельчения зерна. Наибольшие сложности возникают в отношении сплавов, упрочняемых частицами вторых фаз, в частности низколегированными бронзами. Для бронз получение бездефектных зон обработки возможно в относительно широком интервале температур ( $0,27–0,77 T_{пл}$ ) [1–3], т. е. процесс ОТП может протекать при различных сочетаниях температур и величин деформации. При этом температура процесса будет контролировать выделение/растворение и укрупнение частиц упрочняющих фаз, а также размер динамически рекристаллизованных зерен. В работах [2; 4] показано, что благоприятное сочетание механических свойств и электропроводности Cu–Cr–Zr бронз достигается при условии осуществления ОТП при температурах вблизи  $0,27–0,40 T_{пл}$ , что близко к температурам искусственного старения бронз [5–7]. Таким образом, удачное сочетание свойств бронз возможно получить после ОТП при довольно низких температурах, ограничивающих размер рекристаллизованных зерен, а также обеспечивающих выделение или стабильность (в допустимых пределах) упрочняющих частиц. Учитывая довольно узкий интервал температур ОТП ( $0,27–0,40 T_{пл}$ ), при котором достижимы благоприятные сочетания физических и механических свойств, стоит упомянуть, что, помимо параметров ОТП, вторым не менее важным фактором является исходное состояние микроструктуры бронзы. В работе [8] показана возможность измельчения зерен Cu–Cr–Zr бронзы до диапазона  $\approx 160$  нм, приближающегося к наноразмерному, а в работе [4] показали формирование ультрамелких зерен  $\approx 300$  нм. В первом случае в качестве исходного материала были использованы закаленные пластины [8], а во втором – сплав после старения на максимальную прочность [4]. В обеих работах наблюдали увеличение твердости и прочности сплавов, однако влияние ОТП на электропроводность существенно различалось. ОТП закаленной бронзы повысила уровень электропроводности с 34 до 38–50 % IACS [8]. Данный прирост относительно небольшой по сравнению с эффектом старения. Вероятно, в данном случае температура процесса была ниже температур интенсивного распада твердого раствора (температура не измерялась). ОТП состаренной бронзы привела к небольшому снижению электропроводности с 80 до 70–74 % IACS из-за частичного растворения частиц Cr и повышения его содержания в матрице [4]. В результате наиболее перспективной выглядит идея проведения низкотемпературной ОТП именно закаленной бронзы, что в перспективе может исключить процедуру последующего старения, направленного на выделение упрочняющих фаз.

Низколегированные бронзы системы Cu–Cr–Zr используются в широком перечне применений, например, при изготовлении электродов для контактной сварки,

контактных проводов для железных дорог, кристаллизаторов непрерывной разливки стали, вкладышей в камерах сгорания ракетных двигателей, модулей blankets термоядерных реакторов. Широкое разнообразие применений позволяет полагать, что твердофазная технология ОТП является перспективной в отношении модификации структуры, а также физических и механических характеристик ряда деталей ответственного назначения.

Бронзы системы Cu–Cr–Zr–Y являются новым материалом, в отношении которого проведено мало исследований, и очень сложно предугадать поведение данного материала при ОТП: спрогнозировать кинетику измельчения зерен, фазовый состав, отклик физических и механических характеристик на эволюцию микроструктуры, что обосновывает значительный научный и практический интерес к данной работе. Дополнительное легирование Y бронзы системы Cu–Cr–Zr было применено для рафинирования [9] и дополнительного дисперсионного упрочнения – в системе Cu–Y при температуре ниже  $\approx 900$  °C происходит снижение растворимости Y в матрице [10], т. е. в закаленной бронзе с добавкой Y при последующем нагреве до температур ниже  $\approx 900$  °C (при старении или разогреве при ОТП) возможно выделение упрочняющих фаз.

Цель работы – выявление основных закономерностей формирования микроструктуры в бронзе системы Cu–Cr–Zr–Y в условиях низкотемпературной обработки трением с перемешиванием и оценка влияния микроструктурных изменений на твердость и электропроводность.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследования выступала бронза Cu–0,9%Cr–0,17%Zr–0,05%Y (вес. %). Исходное состояние было получено путем проковки литой заготовки при температурах 850–1000 °C на воздухе и охлаждении с последующим нагревом до 920 °C (выдержка в течение 1 ч) и охлаждением в воду. После этого заготовка была разрезана на пластины толщиной 3 мм. ОТП осуществлялась полусферическим инструментом с диаметром наконечника 5 мм и плоскими заплечиками диаметром 12 мм, изготовленными из твердого сплава WC+Co.

Эксперименты по ОТП были реализованы на установке AccuStir 1004 (США) при скорости вращения инструмента 1000 об/мин и скорости подачи 25 мм/мин с наклоном инструмента  $\approx 2,5^\circ$  и глубине внедрения 2,8 мм. Выбранные параметры обусловлены результатами измерения температуры в ряде экспериментов по ОТП при скорости вращения 1000 об/мин и варьировании скоростей подачи (был выбран режим с наиболее низкой температурой и без наличия внешних дефектов). В качестве подложки (материал под листом бронзы) использовался лист стали 09Г2С толщиной 4 мм.

Измерение температур (термический цикл) на краю зоны перемешивания (ЗП) проводилось с помощью термометра FLUKE 54 II В (США) с использованием хромель-алюмелевых термопар. Температура измерялась на середине толщины листа. Измеренная максимальная температура ОТП не превышала 350 °C.

Макро- и микроструктура были исследованы на поперечном шлифе после виброполировки на установке Buehler VibroMet 2 (США) в суспензии OP-U в течение суток. Макроструктура была проанализирована после

травления полированного образца в смеси 100 мл 30%-ного  $H_2O_2$  и 5 мл  $H_2SO_4$  с использованием оптического микроскопа Olympus GX51 (Япония). Исследования микроструктуры (в режиме Z-контраста) осуществлялись с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Quanta 600 FEG (США), оснащенного приставкой для энергодисперсионного анализа состава, и EBSD-приставкой (приставкой для анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов).

В работе исследованы две области на образце: (1) верх ЗП – на расстоянии 50 мкм от поверхности зоны обработки и (2) центр ЗП. Для каждого из состояний были получены EBSD-карты размером  $50 \times 50$  мкм с шагом сканирования 0,1 мкм. Данные были обработаны и проанализированы с помощью программного обеспечения TSL OIM Analysis 8. Для анализа текстуры EBSD-карты были вычищены путем удаления всех точек с CI (индексом достоверности) менее 0,1. Для оценки среднего размера зерна и разориентировок зерен была проведена чистка с использованием стандартной функции “grain dilation” с минимальным пороговым значением разориентировки зерен в  $15^\circ$  и минимальным размером зерна в 3 пикселя.

Профили микротвердости по Виккерсу были получены в середине толщины зоны ОТП с помощью микротвердомера Wolpert 402MVD (Нидерланды) с приложением нагрузки 100 г, временем выдержки 10 с и величиной шага измерения 0,25 мм.

Была оценена относительная электропроводность IACS (согласно International Annealed Copper Standard / Международному стандарту отожженной меди), выражаемая в % от электропроводности отожженной меди, составляющей 58,1 мСм/м при температуре  $20^\circ C$ :

$$IACS = \frac{100 \% \times \text{Электропроводность бронзы}}{58,1}$$

Профили относительной электропроводности были получены вихретоковым методом с использованием установки Константа К-6 (РФ) путем проведения измерений с шагом 1 мм с поверхности пластины, перпендикулярной направлению ОТП, после шлифовки на шкурке зернистостью 1000.

Термодинамическое моделирование равновесного фазового состава осуществлялось с использованием программного комплекса Thermo-Calc с использованием базы данных TCHEA4: High Entropy alloys v. 4.2.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Микроструктура в исходном состоянии

Микроструктура бронзы в исходном состоянии представлена крупными зернами со средним размером  $64 \pm 35$  мкм (без учета двойниковых границ), внутри которых наблюдались множественные двойники отжига (рис. 1).

Большинство границ зерен были декорированы прослойкой второй фазы, которая сильно выделялась на фоне матрицы в режиме Z-контраста в виде светлых контрастных областей (рис. 1 а). Оценка состава показала, что эти области обогащены Cu, Zr и Y с суммарным содержанием (Y+Zr) в интервале 8–15 ат. %, как

показано на рис. 1 с. Обнаруженную фазу можно обозначить формулой  $Cu_x(Y,Zr)$ , где  $x$  варьируется от 5,6 до 9,7. Исследование при больших увеличениях (рис. 1 б) показало, что светлые области имеют неравномерный контраст, который связан с неоднородностью распределения Zr (рис. 1 б, d). Помимо зернограничного расположения, наблюдалась (Y+Zr)-обогащенная фаза в виде сферических включений размерами от 4 до 18 мкм (рис. 1 с) в теле зерна. В некоторых случаях включения располагались на черных частицах.

В микроструктуре также наблюдались множественные гомогенно распределенные частицы со средним размером  $1,02 \pm 0,78$  мкм с черным контрастом, которые оказались обогащены 78–98 ат. % Cr (рис. 1).

### Макроструктура после ОТП

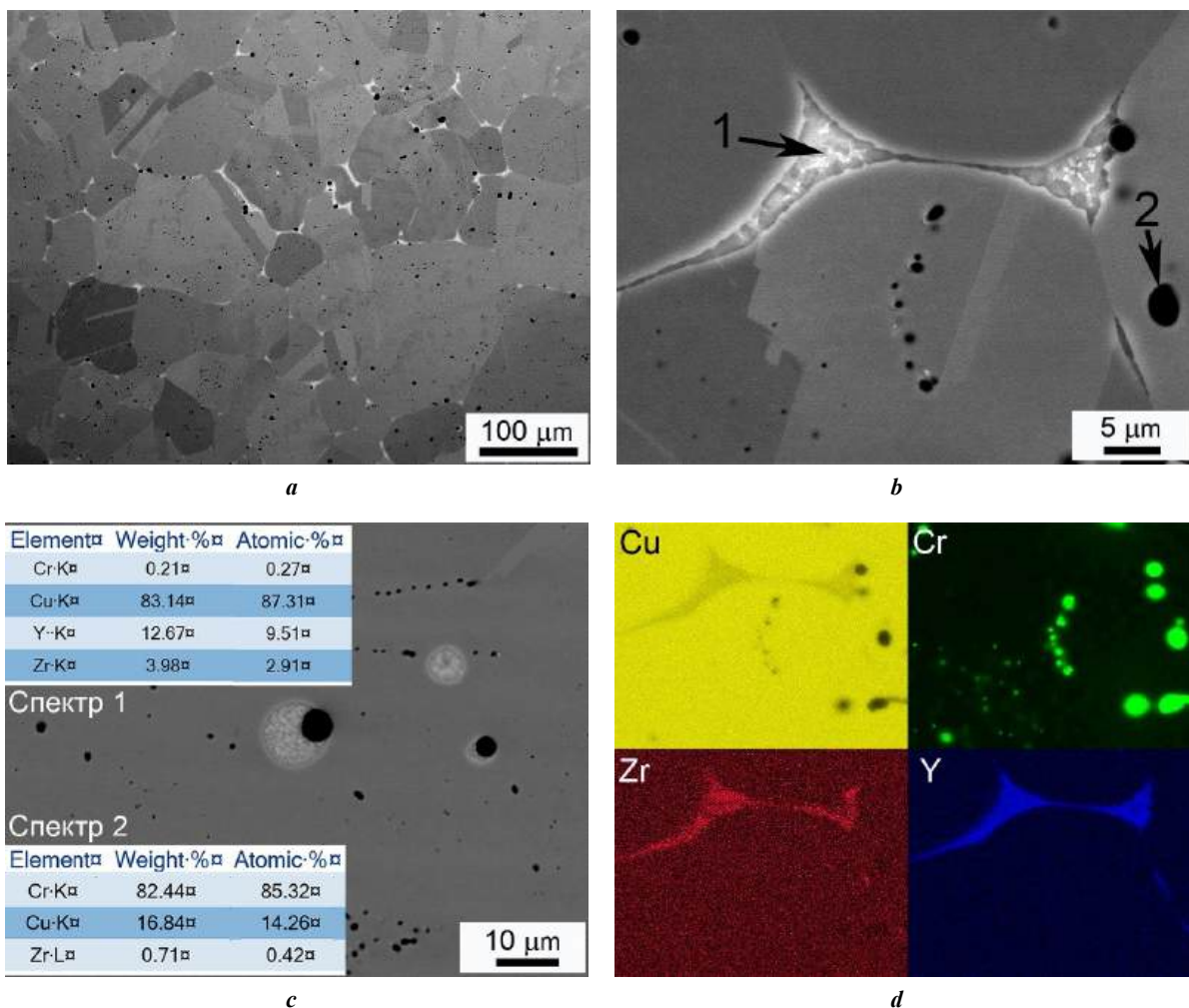
Макроструктура образца после ОТП представлена различными зонами, которые включают в себя ЗП, зону термомеханического влияния (ЗТМВ) и зону основного материала, что схематически представлено на рис. 2. На рис. 2 а отражено расположение перемешивающего наконечника относительно наблюдаемых зон, показывающее, что ЗП не ограничивается размерами наконечника, а расширяется по направлению к краям заплечиков инструмента. По всей периферии ЗП располагается ЗТМВ (рис. 2 б, d), представленная волокнами вытянутых зерен, за которой следует зона основного материала с крупными зернами.

Во всех макроструктурных зонах обработанной области наблюдаются три типа включений (рис. 2 е, f, g): (1) серые сферические частицы, (2) черные области нерегулярной морфологии и (3) черные сферические частицы с внутренними включениями и контрастом, близким к матрице.

### Микроструктура и кристаллографическая текстура после ОТП

Микроструктура бронзы после ОТП представлена субмикронными зернами с долей большеугловых границ порядка 0,85 как вверху, так и в центре ЗП – рис. 3, 4 и таблица 1. Согласно данным РЭМ, средний размер зерен в обеих областях ЗП составил  $\approx 0,28$  мкм, в то время как по результатам EBSD –  $\approx 0,35$ – $0,40$  мкм. Сравнение размерного распределения показывает, что измеренные значения попадают в одинаковый диапазон размеров от 0,15 до 0,8–1,0 мкм и отличаются только по интенсивностям каждой из групп размеров, что также отражается на перекрытии средних размеров с учетом стандартного отклонения величины (таблица 1), т. е. представленные данные репрезентативны и достоверны. Зерна имеют отклонение от равноосности, о чем свидетельствует величина коэффициента формы, равная 1,99 для верха и 1,82 для центра ЗП. В целом, ОТП приводит к снижению среднего размера зерен в 200 раз.

Полученные экспериментальные распределения углов разориентировки верха и центра ЗП качественно схожи между собой (рис. 5). Распределение характеризуется наличием двух основных максимумов на малых ( $\approx 2,5^\circ$ ) и больших углах ( $\approx 45^\circ$ ) разориентировок интенсивностью до 4 %. Экспериментальное распределение углов разориентировки, случайное распределение и распределение, обусловленное текстурой, показывают наличие максимума в интервале углов вблизи  $\approx 45^\circ$ .



**Рис. 1.** Микроструктура бронзы в исходном состоянии:

**a** – общий вид при увеличении  $\times 500$ ; **b** – зернограничная фаза и частицы в теле зерна при увеличении  $\times 6000$ ;  
**c** – (Y+Zr)-обогащенные включения в теле зерна и химические составы зернограничной фазы (спектр 1) и частицы в теле зерна (спектр 2); **d** – распределение элементов на рис. 1 b между фазами

**Fig. 1.** Microstructure of bronze in initial state:

**a** – general view at  $\times 500$  magnification; **b** – grain boundary phase and particles in the grain body at  $\times 6000$  magnification;  
**c** – (Y+Zr)-enriched inclusions in the grain body and chemical compositions of the grain boundary phase (spectrum 1) and particles in the grain body (spectrum 2); **d** – distribution of elements in Fig. 1 b between phases

Считается, что схема деформации при СТП/ОТП близка к схеме простого сдвига [15], при этом в качестве поверхности сдвига может выступать поверхность полусферического наконечника либо нижняя поверхность заплечиков, тогда как направление сдвига тангенциально поверхности инструмента. Таким образом, геометрия сдвига сильно варьируется в различных частях ЗП. Для выявления кристаллографической текстуры в образце требуется вращать EBSD-карту. Экспериментальные и скорректированные карты с величинами углов поворота относительно различных направлений приведены на рис. 6. Анализ полюсных фигур показал, что во всей ЗП наблюдается формирование сочетания аксиальной  $\langle 110 \rangle$  и ограниченной  $B/\bar{B} \{112\} \langle 110 \rangle$  текстур простого сдвига.

Анализ вторичных фаз выявил следующие особенности. И вверху, и в центре ЗП после ОТП наблюдались контрастные сферические включения, которые ранее наблюдались в исходном состоянии (рис. 7). Стоит отметить, что зернограничных фаз замечено не было. Для

наглядного сравнения микрофотографии на рис. 1 а и рис. 7 представлены при одинаковом увеличении ( $\times 500$ ). Основные различия между верхом и центром ЗП заключаются в том, что вверху ЗП наблюдались вытянутые вдоль направления вращения строчечные структуры контрастного белого цвета.

При первичном анализе микроструктуры методом РЭМ в режиме Z-контраста при больших увеличениях в исследованных зонах образца наблюдались контрастные черные полосы (рис. 8 а, б), направление которых совпадало с направлением вращения инструмента. Такие полосы могли иметь нечеткие очертания, а также многократно изгибаться. Анализ карт распределения компонентов сплава (рис. 8 с, d, e, f, g, h) выявил, что это сильно деформированные, «размазанные» между слоями матрицы частицы, обогащенные Cr. Частицы Cr после ОТП имели широкое разнообразие морфологий, начиная от крупных сферических частиц и заканчивая многократно изгибающимися пластинами и частицами



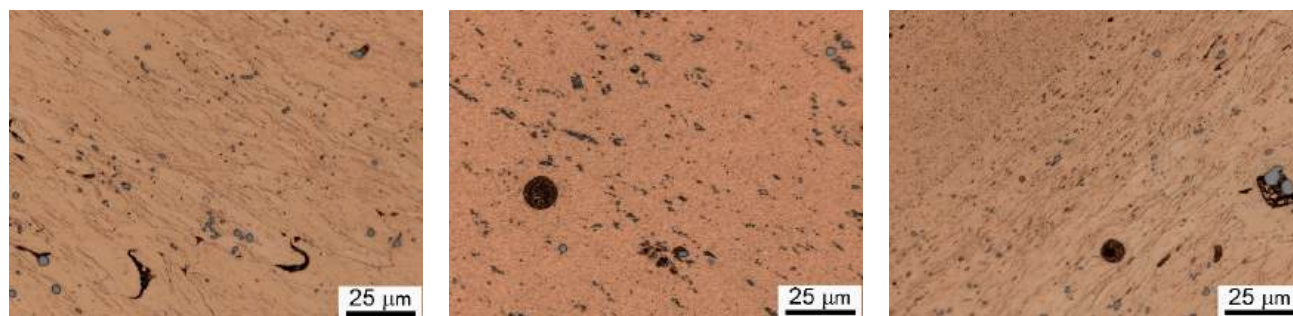
a



b

c

d



e

f

g

**Рис. 2.** Схема расположения макроструктурных зон исследуемого образца и изображения отдельных зон (оптическая микроскопия): **a** – схема макроструктурных зон; **b, e** – зоны термомеханического влияния (ЗТМВ) со стороны отвода материала при увеличении  $\times 5$  и  $\times 100$ ; **c, f** – зоны перемешивания (ЗП) при увеличении  $\times 5$  и  $\times 100$ ; **d, g** – ЗТМВ со стороны набегания материала при увеличении  $\times 5$  и  $\times 100$

**Fig. 2.** Schematic arrangement of macrostructural zones of the studied sample and images of individual zones (optical microscopy): **a** – diagram of macrostructural zones; **b, e** – thermo-mechanically affected zones (ЗТМВ) on the material retreating side at magnifications of  $\times 5$  and  $\times 100$ ; **c, f** – stir zones (ЗП) at magnifications of  $\times 5$  and  $\times 100$ ; **d, g** – ЗТМВ on the material advancing side at magnifications of  $\times 5$  and  $\times 100$

переменной формы, что сильно отличалось от морфологии частиц Ст преимущественно сферической формы в исходном состоянии (рис. 1).

В микроструктуре исследованных зон после ОТП были выявлены немногочисленные частицы новой фазы, обогащенные Y (рис. 8 a, b, e, f), при этом следов наличия Zr (рис. 8 a, b, g, h) в данных частицах не наблюдалось.

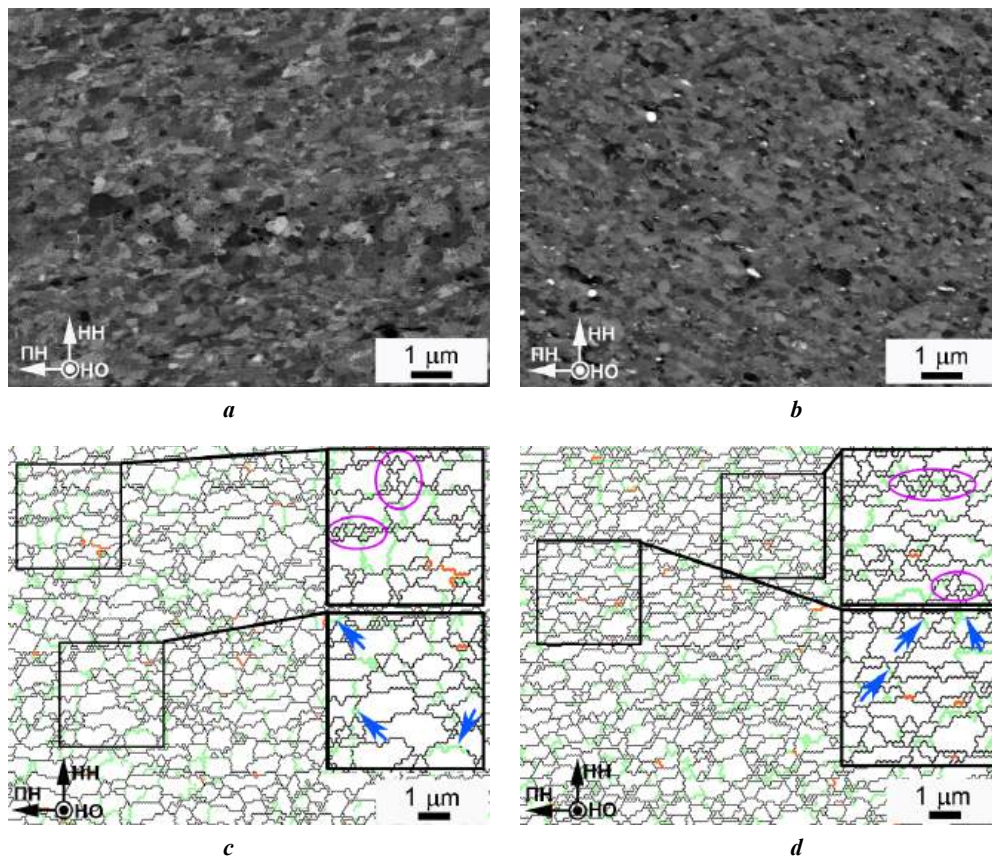
#### Микротвердость и электропроводность после ОТП

Обработанная зона характеризовалась неоднородным распределением микротвердости и электропроводности (рис. 9), с плавным увеличением характеристик по направлению от стороны отвода материала (СО) к стороне

набегания материала (СН) и резким их снижением на границе ЗП в месте границы перемешивающего наконечника.

Практически вся ширина зоны измененной микротвердости и электропроводности соответствует диаметру заплечиков инструмента, что указывает на то, что большая часть тепла концентрируется под инструментом и зона термического воздействия практически не выходит за его границы.

Экстремальные значения микротвердости и электропроводности наблюдались на краю ЗП со СН и достигали  $\approx 240$  HV и  $\approx 76$  % IACS. В центре ЗП показатели оказались ниже и соответствовали  $\approx 167$  HV и  $\approx 72$  % IACS, что в 2,9 и 1,6 раза превышает значения в исходном состоянии ( $\approx 58$  HV и  $\approx 45$  % IACS).



**Рис. 3.** Микроструктура после обработки трением с перемешиванием сверху и в центре зоны перемешивания (ЗП): микрофотографии РЭМ верха (а) и центра ЗП (b); EBSD-карты верха (с) и центра ЗП (d).

На картах границы малоугловой разориентировки ( $2\text{--}15^\circ$ ) обозначены зеленым цветом, границы большеугловой разориентировки ( $15\text{--}63^\circ$ ) обозначены черным цветом, двойниковые границы  $60^\circ\langle 111 \rangle$  обозначены красным цветом. Синими стрелками (с, d) выделены малоугловые границы, набирающие свою разориентировку до большеугловых границ. Фиолетовым цветом обведены группы мелких зерен на границах между относительно крупными зернами.

Обозначения HO, HH и PH соответствуют направлению обработки, направлению нормали и поперечному направлению.

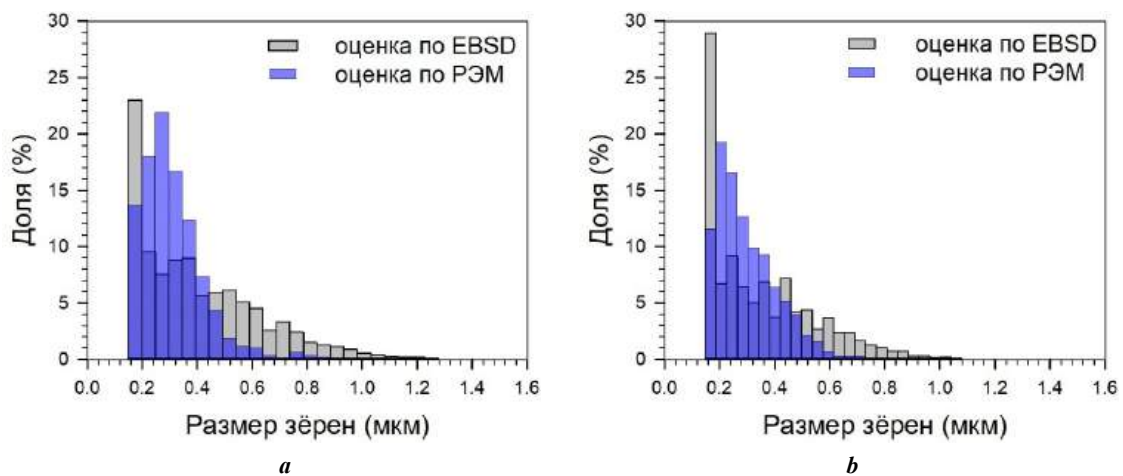
**Fig. 3.** Microstructure after friction stir processing at the top and center of the stir zone (SZ): SEM micrographs of the top (a) and center of the SZ (b); EBSD maps of the top (c) and center of the SZ (d).

On the maps, low-angle misorientation ( $2\text{--}15^\circ$ ) boundaries are shown in green, high-angle misorientation ( $15\text{--}63^\circ$ ) boundaries are shown in black, and  $60^\circ\langle 111 \rangle$  twin boundaries are shown in red.

Blue arrows (c, d) highlight low-angle boundaries that progress in misorientation to high-angle boundaries.

Groups of small grains at the boundaries between relatively large grains are outlined in purple.

The HO, HH, and PH designations correspond to the processing direction, normal direction, and transverse direction



**Рис. 4.** Размерное распределение зерен после обработки трением с перемешиванием сверху (а) и в центре (b) зоны перемешивания

**Fig. 4.** Grain size distribution after friction stir processing at the top (a) and center (b) of the stir zone

Таблица 1. Параметры микроструктуры после обработки трением с перемешиванием  
Table 1. Microstructure parameters after friction stir processing

Область зоны перемешивания	$d_{cp}$ (EBSD) (мкм)	$d_{cp}$ (РЭМ) (мкм)	КФ (РЭМ)	$F_{БУГ}/F_{МУГ}$	$\theta_{cp}$ (град)
Верх зоны перемешивания	0,40±0,23	0,28±0,11	1,99	0,86/0,14	36,4
Центр зоны перемешивания	0,35±0,19	0,28±0,11	1,82	0,84/0,16	36,0

Примечание.  $d_{cp}$  – средний размер зерна; КФ – коэффициент формы зерна в виде отношения максимального размера к минимальному;  $F_{БУГ}$  и  $F_{МУГ}$  – доли большеугловых и малоугловых границ;  $\theta_{cp}$  – средний угол разориентировки границ.

Note.  $d_{cp}$  is average grain size; КФ is grain shape factor as the ratio of the maximum size to the minimum one;  $F_{БУГ}$  and  $F_{МУГ}$  are proportions of high-angle and low-angle boundaries;  $\theta_{cp}$  is average angle of misorientation of boundaries.

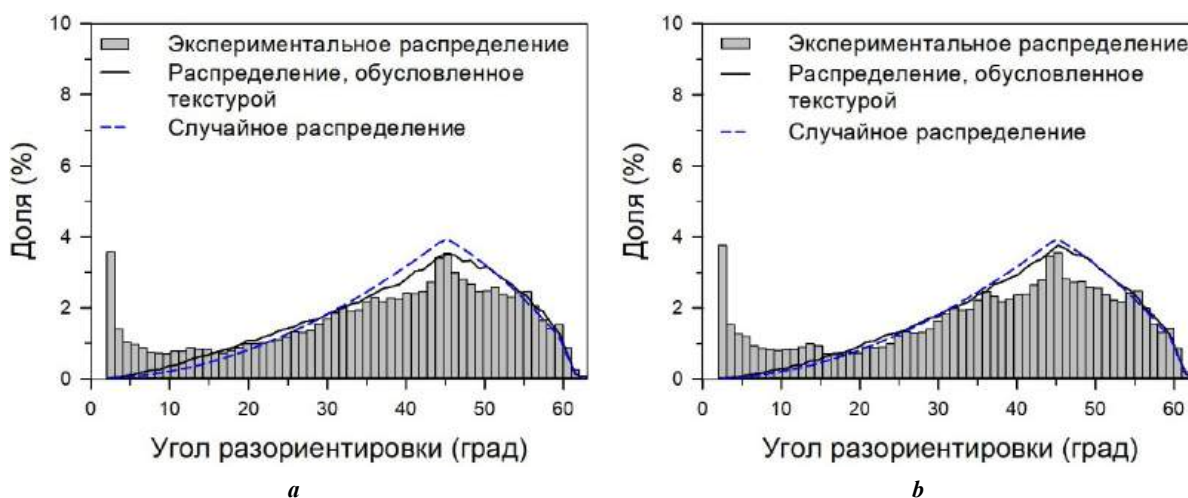


Рис. 5. Распределение углов разориентировки после обработки трением с перемешиванием вверху (а) и в центре (b) зоны перемешивания

Fig. 5. Distribution of misorientation angles after friction stir processing at the top (a) and in the center (b) of the stir zone

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

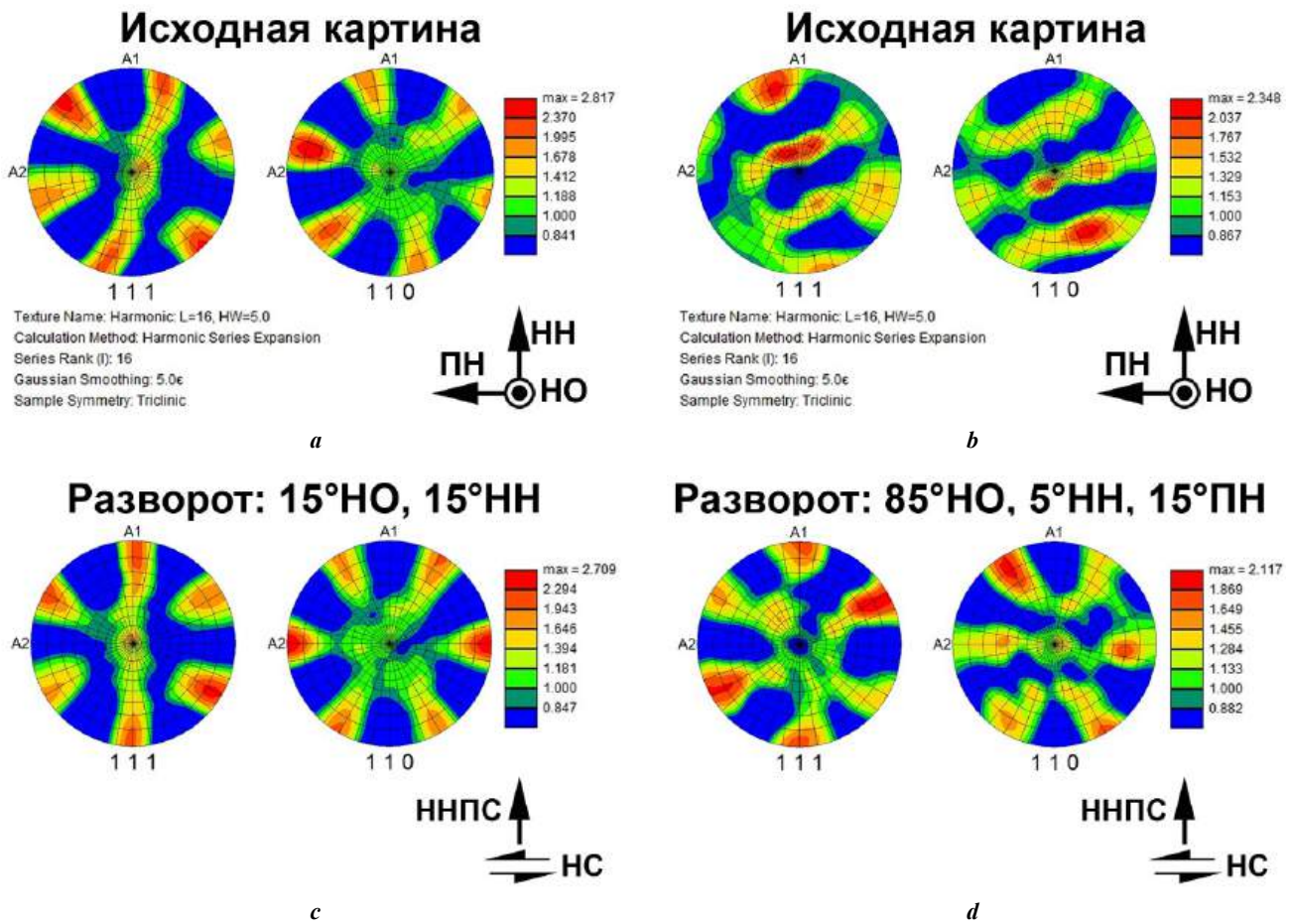
### Особенности фазового состава в исходном состоянии

В микроструктуре бронзы после закалки была обнаружена фаза, содержащая 8–15 ат. % (Y+Zr), обозначенная как  $Cu_x(Y,Zr)$  с параметром  $x$ , варьирующимся от 5,6 до 9,7. Согласно источникам [10; 11], она может быть отнесена к фазе типа  $Cu_6Y/Cu_7Y$  с гексагональной кристаллической решеткой типа P6/mmm. Данная фаза может растворять в себе 12–16 ат. % Y, что соотносится с суммарным содержанием (Y+Zr), показанным в работе. Показанная на рис. 1 неоднородность распределения Zr внутри зернограницной фазы может быть связана с дендритной неоднородностью состава фазы либо с наличием нескольких фаз в структуре областей, богатых Y и Zr. Подобное явление было проиллюстрировано в работе [12] на примере сплавов Cu–0,5Y–(0,05–0,1)Zr, в которых в процессе литья формируются частицы, состоящие из метастабильных фаз  $Cu_5Y+Cu_5Zr$ . Учитывая тот факт, что определенные в работе средние содержания (Y+Zr) также схожи с составами фаз  $Cu_5Y+Cu_5Zr$  [12], мы не можем исключить, что в рассматриваемом случае наблюдается метастабильная фаза.

Вторая наблюдаемая в микроструктуре фаза состоит преимущественно из Cr. Учитывая большой размер частиц и тот факт, что они наблюдаются в закаленном состоянии, они, вероятно, являются равновесными частицами объемно-центрированной кубической решетки Cr [13], не растворившимися при нагреве и выдержке при закалке. Наличие данных частиц хорошо согласуется с равновесной диаграммой состояния Cu–Cr при температуре нагрева под закалку 920 °C [14].

### Особенности формирования зеренной структуры и текстуры после ОТП

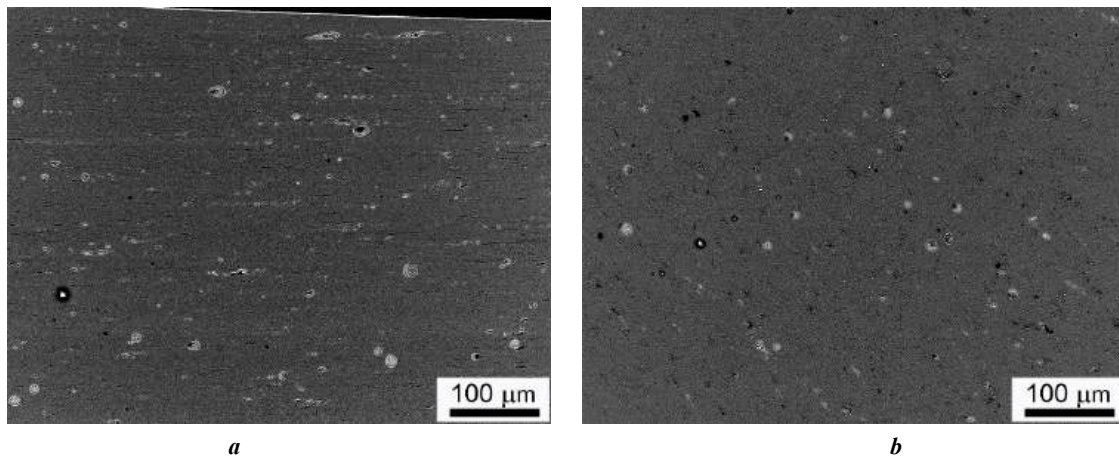
В верхней и центральной частях ЗП происходит формирование ультрамелкозернистой структуры со средним размером зерен  $\approx 0,3$  мкм. Для определения доминирующего механизма рекристаллизации, ответственного за формирование микроструктуры, рассмотрим распределение углов разориентировок сформировавшихся зерен в различных областях ЗП (рис. 5). Сравнение с результатами других исследований по СТП/ОТП бронз системы Cu–Cr–Zr [2–4] указывает на то, что низкая доля 2–3° границ связана с понижением температуры процесса: при температуре 790 °C относительная



**Рис. 6.** Экспериментальные (а, б) и скорректированные (развернутые) полюсные фигуры (с, д)  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , полученные после обработки трением с перемешиванием сверху (а, с) и в центре (б, д) зоны перемешивания, иллюстрирующие сформировавшуюся текстуру. Обозначения НО, НН и ПН (а, б) соответствуют направлению обработки, направлению нормали и поперечному направлению.

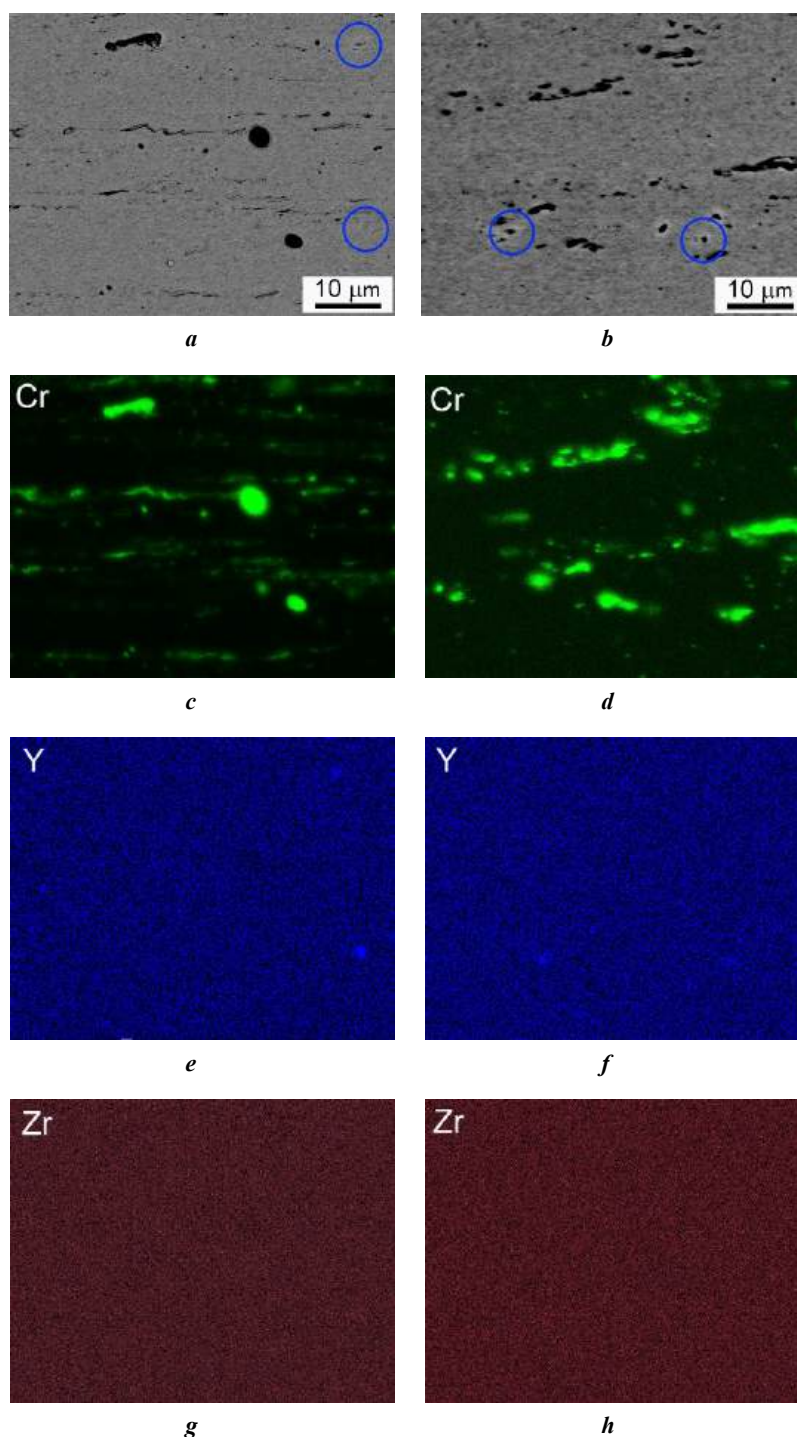
Обозначения НС и ННПС (с, д) соответствуют направлению сдвига и направлению нормали к плоскости сдвига.

В верхней части рисунка указаны углы разворота экспериментальных полюсных фигур  
**Fig. 6.** Experimental (a, b) and corrected (rotated) pole figures (c, d) of  $\{111\}$  and  $\{110\}$  obtained after friction stir processing at the top (a, c) and center (b, d) of the stir zone, illustrating the formed texture. The НО, НН, and ПН designations (a, б) correspond to the processing direction, normal direction, and transverse direction. The НС and ННПС designations (с, д) correspond to the shear direction and the shear plane normal direction. The rotation angles of the experimental pole figures are indicated at the top of the figure



**Рис. 7.** Микроструктура после обработки трением с перемешиванием сверху (а) и в центре (б) зоны перемешивания при увеличении  $\times 500$

**Fig. 7.** Microstructure after friction stir processing at the top (a) and center (b) of the stir zone at  $\times 500$  magnification



**Рис. 8.** Частицы вторичных фаз (*a, b*) в сочетании с распределением Cr (*c, d*), Y (*e, f*) и Zr (*g, h*) между фазами после обработки трением с перемешиванием вверху (*a, c, e, g*) и в центре (*b, d, f, h*) зоны перемешивания  
**Fig. 8.** Secondary phase particles (*a, b*) in combination with the distribution of Cr (*c, d*), Y (*e, f*) and Zr (*g, h*) between the phases after friction stir processing at the top (*a, c, e, g*) and in the center (*b, d, f, h*) of the stir zone

доля таких границ  $\approx 18\%$  [3], при  $440\text{ }^\circ\text{C}$  наблюдается снижение до  $\approx 9\%$  [2] и до  $\approx 6\%$  при температуре  $240\text{ }^\circ\text{C}$  [4]. Это хорошо согласуется с представленными на рис. 4 результатами.

Стоит обратить внимание на то, что в распределении разориентировок углов (рис. 5) отсутствует ярко выраженный пик двойниковых границ  $60^\circ\langle 111 \rangle$  – на рис. 3 эти границы представлены красными линиями. В исходном же состоянии наблюдается большое количество границ двой-

ников отжига (рис. 1 а). В результате низкую долю границ  $60^\circ\langle 111 \rangle$  после ОТП можно связать с низкой скоростью протекания метадинамической рекристаллизации в процессе остывания пластины после обработки. Наличие двухмодального распределения (с пиками в области малых и больших углов) на рис. 5 может указывать на доминирование процессов непрерывной динамической рекристаллизации. Помимо этого, на рис. 3 с, d различимы сегменты малоугловых границ, набирающие свою разориентировку

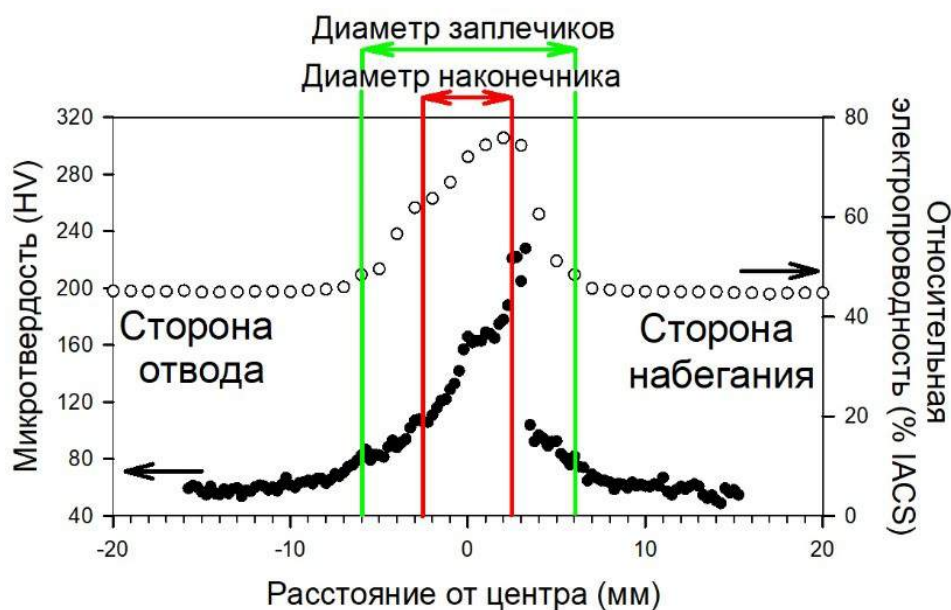


Рис. 9. Распределение микротвердости и относительной электропроводности в зоне обработки трением с перемешиванием

Fig. 9. Distribution of microhardness and relative electrical conductivity in the zone of friction stir processing

до большеугловых границ, что также является прямым маркером непрерывной рекристаллизации. В то же время на рис. 3 с, d наблюдаются конфигурации более крупных зерен, окруженных группами зерен размерами на порядок меньше, что может указывать на присутствие процессов прерывистой динамической рекристаллизации. Вероятно, в процессе ОТП имеется конкуренция двух механизмов динамической рекристаллизации. Однако, учитывая низкую температуру процесса, преобладающим можно считать вклад механизма непрерывной рекристаллизации.

Сравнение экспериментального спектра разориентировок со случайным распределением (рис. 5), а также обусловленным кристаллографической текстурой показало, что обусловленное текстурой распределение имеет меньшее расхождение, что указывает на то, что в рассматриваемом случае формирующееся распределение углов может определяться формирующейся кристаллографической текстурой.

Согласно различным углам поворота полюсных фигур, необходимым для выявления текстуры вверху и в центре ЗП, можно говорить о влиянии различных частей перемешивающего инструмента на формирование текстуры. Так, вблизи поверхности ЗП потребовались небольшие углы поворота, что свидетельствует о большем влиянии плоских заплечиков инструмента в процессе ее формирования, нежели наконечника. В центре ЗП потребовались значительные углы поворота, что указывает на сильное влияние полусферического наконечника на формирование кристаллографической текстуры. Однако качественно и количественно формирующиеся распределения углов разориентировки (рис. 5) и кристаллографические текстуры (рис. 6) в рассматриваемых зонах схожи, т. е. механизм формирования распределения разориентировок должен быть одинаков.

Возвращаясь к связи углов разориентировки зерен вблизи  $45^\circ$  с текстурой, с помощью функции “CLS boundaries” была проведена оценка долей специальных границ зерен. Так, в структуре наблюдалось суммарно  $\approx 2,4\%$  границ  $\Sigma 9 - 38,9^\circ \langle 110 \rangle$  и  $\Sigma 11 - 50,5^\circ \langle 110 \rangle$ , направление которых совпадает с выявленными преимущественными направлениями текстуры. Помимо этого, наблюдалось суммарно  $\approx 2,4\%$  границ  $\Sigma 7 - 38,2^\circ \langle 111 \rangle$  и  $\Sigma 29a - 43,6^\circ \langle 100 \rangle$ , направления которых не связаны с текстурой. Можно полагать, что эти границы и формируют наблюдаемый пик, при этом часть границ связана с кристаллографической текстурой.

### Особенности изменения вторичных фаз при ОТП

Как отмечалось ранее, после ОТП в микроструктуре наблюдались сферические включения с Z-контрастом, одинаковым с включениями  $\text{Cu}_x(\text{Y,Zr})$ , наблюдаемыми в исходном состоянии. При этом их размер не изменялся в сравнении с исходным. Можно полагать, что данные включения не деформируются в процессе ОТП, а деформируемая матрица за счет большей пластичности как бы «обтекает» их при деформации. В то же время фаза  $\text{Cu}_x(\text{Y,Zr})$ , располагающаяся на исходных границах зерен до ОТП, размалывается на более мелкие фрагменты, которые располагаются в виде строчечных структур, сонаправленных с направлением вращения инструмента. В данном случае фаза располагается в виде плоского препятствия, располагающегося на границе, которое невозможно преодолеть в процессе течения медной матрицы, что вызывает его частичное разрушение и разворот оставшихся фрагментов. Таким образом, исходная морфология данной фазы оказывает значительное влияние на ее эволюцию при ОТП.

Как было показано, ОТП способствует значительному изменению морфологии частиц Cr. Особо стоит выделить

наличие вытянутых многократно изгибающихся пластинчатых частиц. Подобного эффекта не наблюдали после ОТП при более высоких температурах. Авторы полагают, что подобная морфология частиц связана с большой величиной деформации при ОТП, которая может достигать истинных значений  $\approx 35$  ед. [16]. Можно предположить следующий механизм изменения морфологии частиц Cr: формирование ультрамелкозернистой структуры матрицы повышает способность материала сопротивляться деформации, увеличивая тем самым внутренние напряжения в материале, при этом материал разогревается до температуры  $\approx 350^\circ\text{C}$ , и, вероятно, подобного сочетания термомеханических условий становится достаточно для пластического течения Cr между слоями зерен матрицы.

При ОТП исследуемой Cu–Cr–Zr–Y бронзы наблюдались частицы, обогащенные Y и не содержащие в своем составе Zr, хотя в исходном состоянии была фаза, содержащая оба элемента. Данное явление целесообразно рассмотреть с точки зрения анализа равновесных диаграмм состояния Cu–Zr и Cu–Y. После обработки на пересыщенный твердый раствор Y и Zr могут присутствовать в пересыщенном твердом растворе в соответствии с диаграммой состояния [11; 17]. Согласно диаграмме Cu–Y [11] ближайшей фазой к заданному содержанию Y является  $\text{Cu}_7\text{Y}$ , существующая при температурах ниже  $871^\circ\text{C}$ , тогда как в соответствии с диаграммой Cu–Zr [17] ближайшей фазой к заданному содержанию Zr является  $\text{Cu}_9\text{Zr}_2$ , которая существует при температурах ниже  $972^\circ\text{C}$ . Можно предположить, что обогащенные Zr фазы будут выделяться при более высоких температурах (разница порядка  $100^\circ\text{C}$ ). Согласно данной дифференциальной сканирующей калориметрии закаленного сплава Cu–Cr–Zr, выделение Zr-обогащенной фазы происходит при температурах около  $490^\circ\text{C}$  [18]. Учитывая тот факт, что дополнительная интенсивная пластическая деформация в большинстве случаев понижает температуру выделения второй фазы [18; 19], в сочетании с предполагаемой разницей температур выделения фаз с Zr и Y мы закономерно наблюдаем выделение Y-обогащенной фазы. Дополнительное проведение термодинамического моделирования равновесного фазового состава при температурах  $350\text{--}1100^\circ\text{C}$  с использованием программы Thermo-Calc предсказывает существование в этом температурном интервале фаз  $\text{Cu}_5\text{Zr}$  (кристаллическая решетка C15B) и  $\text{Cu}_7\text{Y}$  (кристаллическая решетка R6/mmm). Температурный интервал существования  $\text{Cu}_5\text{Zr}$  – от  $580$  до  $910^\circ\text{C}$ , тогда как для фазы  $\text{Cu}_7\text{Y}$  он соответствует температурам от  $350$  до  $837^\circ\text{C}$ . Вполне закономерно, что после низкотемпературной ОТП мы наблюдаем Y-обогащенную фазу и не наблюдаем фаз с Zr. Таким образом, можно предполагать, что наблюдаемая после ОТП фаза является равновесной фазой  $\text{Cu}_7\text{Y}$ .

### Взаимосвязь свойств с формирующейся микроструктурой при ОТП

Проанализировав наблюдаемые особенности микроструктуры, можно обозначить взаимосвязь эволюции микроструктуры с формированием распределения микротвердости и электропроводности. Предполагается, что асимметричный характер распределений в сочетании с тяготением экстремальных значений величин к СН связан с неравномерным распределением

температуры и деформации в очаге деформации, показанных результатами моделирования [20]. В частности, температура с СН может быть выше, чем с СО. Взяв во внимание тот факт, что мы наблюдаем одновременное увеличение микротвердости и электропроводности, можно предположить, что этот феномен связан одновременно с измельчением зеренной структуры и распадом пересыщенного твердого раствора. Измельчение зеренной структуры в ЗП было проиллюстрировано в работе. Относительно распада пересыщенного твердого раствора было показано только выделение Y-обогащенных частиц, количество которых в микроструктуре (согласно рис. 8) невелико. Максимум электропроводности обработанной области достигает  $76\%$  IACS, что близко к значениям состаренной Cu–Cr–Zr бронзы [3], что соответствует микроструктурному состоянию после распада (частичного либо полного) твердого раствора. Высокое значение электропроводности косвенно указывает на протекание интенсивного распада пересыщенного твердого раствора с выделением нанометровых частиц Cr и Zr в процессе ОТП. Вероятно, задействованного в работе метода РЭМ недостаточно для разрешения наноразмерных частиц вторичных фаз, сформировавшихся при такой низкой температуре.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе были выявлены следующие закономерности формирования микроструктуры в Cu–Cr–Zr–Y бронзе при низкотемпературной обработке трением с перемешиванием:

1) ОТП привела к измельчению зеренной структуры до среднего размера зерен  $\approx 0,3$  мкм с преимущественно большеугловыми границами и формированию сочетания аксиальной  $\langle 110 \rangle$  и ограниченной  $B/\bar{B} \{112\} \langle 110 \rangle$  текстур простого сдвига;

2) ОТП привела к разрушению  $\text{Cu}_x(\text{Y,Zr})$  фазы, располагавшейся по границам исходных зерен, но не привела к разрушению данной фазы, имеющей сферическую морфологию. ОТП привела к изменению морфологии частиц Cr за счет их деформирования и вытягивания в направлении вращения инструмента. Процесс ОТП сопровождался выделением Y-обогащенной фазы, не наблюдаемой в исходном состоянии;

3) микроструктурные изменения, протекающие при ОТП, привели к росту значений микротвердости и электропроводности в сравнении с закаленным состоянием.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Макаров А.В., Лежнин Н.В., Котельников А.Б., Вопнерук А.А., Коробов Ю.С., Валиуллин А.И., Волкова Е.Г. Восстановление стенок кристаллизаторов машин непрерывного литья заготовок из хромоциркониевой бронзы методом многопроходной сварки трением с перемешиванием // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2023. Т. 29. № 6. С. 66–83. DOI: [10.17073/0021-3438-2023-6-66-83](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-6-66-83).
- Bodyakova A.I., Chistyukhina E.I., Tkachev M.S., Malofeev S.S., Kaibyshev R.O. Effect of Friction Stir Processing on the Structure and Properties of the Low-

- Doped Cu–Cr–Zr Alloy // *Physics of Metals and Metallography*. 2024. Vol. 125. № 11. P. 1192–1200. DOI: [10.1134/S0031918X24601677](https://doi.org/10.1134/S0031918X24601677).
3. Bodyakova A., Malopfeev S., Tkachev M., Chistyukhina E., Mironov S., Lezhnin N., Fu Y., Makarov A., Kaibyshev R. Effect of friction-stir processing and subsequent aging treatment on microstructure and service properties of Cu–Cr–Zr alloy // *Materials Characterization*. 2024. Vol. 216. Article number 114225. DOI: [10.1016/j.matchar.2024.114225](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2024.114225).
  4. Wang Y.D., Liu M., Yu B.H., Wu L.H., Xue P., Ni D.R., Ma Z.Y. Enhanced combination of mechanical properties and electrical conductivity of a hard state Cu–Cr–Zr alloy via one-step friction stir processing // *Journal of Materials Processing Technology*. 2021. Vol. 288. Article number 116880. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2020.116880](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116880).
  5. Khomskaya I.V., Zel'dovich V.I., Frolova N.Y., Abdullina D.N., Kheifets A.E. Investigation of Cu<sub>5</sub>Zr particles precipitation in Cu–Zr and Cu–Cr–Zr alloys subjected to quenching and high strain rate deformation // *Letters on Materials*. 2019. Vol. 9. № 4. P. 400–404. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-4-400-404](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-4-400-404).
  6. Ma Yuxia, Chen Huiqin, Li Hui, Dang Shue. Influence Mechanism of Ageing Parameters of Cu–Cr–Zr Alloy on Its Structure and Properties // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 21. Article number 7605. DOI: [10.3390/ma15217605](https://doi.org/10.3390/ma15217605).
  7. Khomskaya I.V., Zel'dovich V.I., Abdullina D.N., Shorokhov E.V. The Effect of Chromium and Zirconium Alloying on the Structure and Properties of Submicrocrystalline Copper Alloys Obtained by Dynamic Channel-Angular Pressing // *Physics of Metals and Metallography*. 2024. Vol. 125. № 10. P. 1156–1165. DOI: [10.1134/s0031918x24601434](https://doi.org/10.1134/s0031918x24601434).
  8. Li Yijun, Zhang Jinghua, Fu Ruidong, Wang Jungao, Lv Hongyan, Xing Haizhi. Synergistic improvement of strength and electrical conductivity in Cu–Cr–Zr alloys through prestrain-assisted friction stir processing // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 27. P. 564–573. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.09.262](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.262).
  9. Li Hai-hong, Sun Xue-qin, Zhang Shang-zhou, Zhao Qin-yi, Wang Guang-zhen. Application of rare-earth element Y in refining impure copper // *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. 2015. Vol. 22. № 5. P. 453–459. DOI: [10.1007/s12613-015-1093-z](https://doi.org/10.1007/s12613-015-1093-z).
  10. Duisemaliev T.U., Duisemaliev U.K. Solubility of yttrium in copper and its effect on the properties of leaded brasses // *Metal Science and Heat Treatment*. 1993. Vol. 35. № 12. P. 673–676. DOI: [10.1007/BF00707636](https://doi.org/10.1007/BF00707636).
  11. Okamoto H. Cu–Y (Copper–Yttrium) // *Journal of Phase Equilibria*. 1992. Vol. 13. № 1. P. 102–103. DOI: [10.1007/BF02645393](https://doi.org/10.1007/BF02645393).
  12. Liang Dong, Wang Ning, Wang Yuxiang, Liu Zhenjie, Fu Ying. Effects of Zr, Y on the Microstructure and Properties of As-Cast Cu–0.5Y–xZr (wt.%) Alloys // *Metals*. 2019. Vol. 9. № 10. Article number 1084. DOI: [10.3390/met9101084](https://doi.org/10.3390/met9101084).
  13. Зельдович В.И., Добаткин С.В., Фролова Н.Ю., Хомская И.В., Хейфец А.Э., Шорохов Е.В., Насонов П.А. Механические свойства и структура хромоциркониевой бронзы после динамического канально-углового прессования и последующего старения // *Физика металлов и металлостроение*. 2016. Т. 117. № 1. С. 79–87. DOI: [10.7868/S0015323016010125](https://doi.org/10.7868/S0015323016010125).
  14. Chakrabarti D.J., Laughlin D.E. The Cr–Cu (Chromium–Copper) system // *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. 1984. Vol. 5. № 1. P. 59–68. DOI: [10.1007/BF02868727](https://doi.org/10.1007/BF02868727).
  15. Fonda R.W., Knipling K.E. Texture development in friction stir welds // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2011. Vol. 16. № 4. P. 288–294. DOI: [10.1179/1362171811Y.0000000010](https://doi.org/10.1179/1362171811Y.0000000010).
  16. Mishin V., Shishov I., Kalinenko A., Vysotskii I., Zuiko I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R. Numerical Simulation of the Thermo-Mechanical Behavior of 6061 Aluminum Alloy during Friction-Stir Welding // *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2022. Vol. 6. № 4. Article number 68. DOI: [10.3390/jmmp6040068](https://doi.org/10.3390/jmmp6040068).
  17. Arias D., Abriata J.P. Cu–Zr (Copper–Zirconium) // *Journal of Phase Equilibria*. 1990. Vol. 11. № 5. P. 452–459. DOI: [10.1007/BF02898260](https://doi.org/10.1007/BF02898260).
  18. Bourezg Y.I., Abib K., Azzeddine H., Bradai D. Kinetics of Cr clustering in a Cu–Cr–Zr alloy processed by equal-channel angular pressing: A DSC study // *Thermochimica Acta*. 2020. Vol. 686. Article number 178550. DOI: [10.1016/j.tca.2020.178550](https://doi.org/10.1016/j.tca.2020.178550).
  19. Dölling J., Kracun S.F., Prah U., Fehlbier M., Zilly A. A Comparative Differential Scanning Calorimetry Study of Precipitation Hardenable Copper-Based Alloys with Optimized Strength and High Conductivity // *Metals*. 2023. Vol. 13. № 1. Article number 150. DOI: [10.3390/met13010150](https://doi.org/10.3390/met13010150).
  20. Venghaus H., Chiumenti M., Baiges J., Juhre D., Dialami N. Embedded technology for enhanced modeling of Friction Stir Welding processes // *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 2025. Vol. 435. Article number 117539. DOI: [10.1016/j.cma.2024.117539](https://doi.org/10.1016/j.cma.2024.117539).

## REFERENCES

1. Makarov A.V., Lezhnin N.V., Kotelnikov A.B., Vopneruk A.A., Korobov Yu.S., Valiullin A.I., Volkova E.G. Restoration of continuous casting machine mold copper plates made of Cr–Zr bronze using multi-pass friction stir lap welding. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*, 2023, vol. 29, no. 6, pp. 66–83. DOI: [10.17073/0021-3438-2023-6-66-83](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-6-66-83).
2. Bodyakova A.I., Chistyukhina E.I., Tkachev M.S., Malopfeev S.S., Kaibyshev R.O. Effect of Friction Stir Processing on the Structure and Properties of the Low-Doped Cu–Cr–Zr Alloy. *Physics of Metals and Metallography*, 2024, vol. 125, no. 11, pp. 1192–1200. DOI: [10.1134/S0031918X24601677](https://doi.org/10.1134/S0031918X24601677).
3. Bodyakova A., Malopfeev S., Tkachev M., Chistyukhina E., Mironov S., Lezhnin N., Fu Y., Makarov A., Kaibyshev R. Effect of friction-stir processing and subsequent aging treatment on microstructure and service properties of Cu–Cr–Zr alloy. *Materials Characterization*, 2024, vol. 216, article number 114225. DOI: [10.1016/j.matchar.2024.114225](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2024.114225).
4. Wang Y.D., Liu M., Yu B.H., Wu L.H., Xue P., Ni D.R., Ma Z.Y. Enhanced combination of mechanical properties and electrical conductivity of a hard state Cu–Cr–Zr alloy via one-step friction stir processing. *Journal of Materials*

- Processing Technology*, 2021, vol. 288, article number 116880. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2020.116880](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116880).
5. Khomskaya I.V., Zel'dovich V.I., Frolova N.Y., Abdullina D.N., Kheifets A.E. Investigation of Cu<sub>5</sub>Zr particles precipitation in Cu-Zr and Cu-Cr-Zr alloys subjected to quenching and high strain rate deformation. *Letters on Materials*, 2019, vol. 9, no. 4, pp. 400–404. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-4-400-404](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-4-400-404).
  6. Ma Yuxia, Chen Huiqin, Li Hui, Dang Shue. Influence Mechanism of Ageing Parameters of Cu–Cr–Zr Alloy on Its Structure and Properties. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 21, article number 7605. DOI: [10.3390/ma15217605](https://doi.org/10.3390/ma15217605).
  7. Khomskaya I.V., Zel'dovich V.I., Abdullina D.N., Shorokhov E.V. The Effect of Chromium and Zirconium Alloying on the Structure and Properties of Submicrocrystalline Copper Alloys Obtained by Dynamic Channel-Angular Pressing. *Physics of Metals and Metallography*, 2024, vol. 125, no. 10, pp. 1156–1165. DOI: [10.1134/s0031918x24601434](https://doi.org/10.1134/s0031918x24601434).
  8. Li Yijun, Zhang Jinghua, Fu Ruidong, Wang Jungao, Lv Hongyan, Xing Haizhi. Synergistic improvement of strength and electrical conductivity in Cu–Cr–Zr alloys through prestrain-assisted friction stir processing. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 27, pp. 564–573. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.09.262](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.262).
  9. Li Hai-hong, Sun Xue-qin, Zhang Shang-zhou, Zhao Qin-yi, Wang Guang-zhen. Application of rare-earth element Y in refining impure copper. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2015, vol. 22, no. 5, pp. 453–459. DOI: [10.1007/s12613-015-1093-z](https://doi.org/10.1007/s12613-015-1093-z).
  10. Duisemaliev T.U., Duisemaliev U.K. Solubility of yttrium in copper and its effect on the properties of leaded brasses. *Metal Science and Heat Treatment*, 1993, vol. 35, no. 12, pp. 673–676. DOI: [10.1007/BF00707636](https://doi.org/10.1007/BF00707636).
  11. Okamoto H. Cu–Y (Copper–Yttrium). *Journal of Phase Equilibria*, 1992, vol. 13, no. 1, pp. 102–103. DOI: [10.1007/BF02645393](https://doi.org/10.1007/BF02645393).
  12. Liang Dong, Wang Ning, Wang Yuxiang, Liu Zhenjie, Fu Ying. Effects of Zr, Y on the Microstructure and Properties of As-Cast Cu-0.5Y-xZr (wt.%) Alloys. *Metals*, 2019, vol. 9, no. 10, article number 1084. DOI: [10.3390/met9101084](https://doi.org/10.3390/met9101084).
  13. Zel'dovich V.I., Frolova N.Y., Khomskaya I.V., Kheifets A.E., Dobatkin S.V., Shorokhov E.V., Nasonov P.A. Mechanical properties and the structure of chromium–zirconium bronze after dynamic channel-angular pressing and subsequent aging. *Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 1, pp. 74–82. DOI: [10.1134/S0031918X16010129](https://doi.org/10.1134/S0031918X16010129).
  14. Chakrabarti D.J., Laughlin D.E. The Cr–Cu (Chromium–Copper) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 1984, vol. 5, no. 1, pp. 59–68. DOI: [10.1007/BF02868727](https://doi.org/10.1007/BF02868727).
  15. Fonda R.W., Knipling K.E. Texture development in friction stir welds. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2011, vol. 16, no. 4, pp. 288–294. DOI: [10.1179/1362171811Y.0000000010](https://doi.org/10.1179/1362171811Y.0000000010).
  16. Mishin V., Shishov I., Kalinenko A., Vysotskii I., Zuiko I., Malopheyevev S., Mironov S., Kaibyshev R. Numerical Simulation of the Thermo-Mechanical Behavior of 6061 Aluminum Alloy during Friction-Stir Welding. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 2022, vol. 6, no. 4, article number 68. DOI: [10.3390/jmmp6040068](https://doi.org/10.3390/jmmp6040068).
  17. Arias D., Abriata J.P. Cu–Zr (Copper–Zirconium). *Journal of Phase Equilibria*, 1990, vol. 11, no. 5, pp. 452–459. DOI: [10.1007/BF02898260](https://doi.org/10.1007/BF02898260).
  18. Bourezg Y.I., Abib K., Azzeddine H., Bradai D. Kinetics of Cr clustering in a Cu–Cr–Zr alloy processed by equal-channel angular pressing: A DSC study. *Thermochemical Acta*, 2020, vol. 686, article number 178550. DOI: [10.1016/j.tca.2020.178550](https://doi.org/10.1016/j.tca.2020.178550).
  19. Dölling J., Kracun S.F., Prah U., Fehlbier M., Zilly A. A Comparative Differential Scanning Calorimetry Study of Precipitation Hardenable Copper-Based Alloys with Optimized Strength and High Conductivity. *Metals*, 2023, vol. 13, no. 1, article number 150. DOI: [10.3390/met13010150](https://doi.org/10.3390/met13010150).
  20. Venghaus H., Chiumenti M., Baiges J., Juhre D., Dialami N. Embedded technology for enhanced modeling of Friction Stir Welding processes. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 2025, vol. 435, article number 117539. DOI: [10.1016/j.cma.2024.117539](https://doi.org/10.1016/j.cma.2024.117539).

UDC 691.73

doi: 10.18323/2782-4039-2025-3-73-5

## Special aspects of microstructure formation in Cu–Cr–Zr–Y bronze under low-temperature friction stir processing

**Ivan S. Nikitin**<sup>\*1</sup>, PhD (Engineering), junior researcher

of the Laboratory of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

**Aleksandr A. Kalinenko**<sup>2</sup>, PhD (Physics and Mathematics), junior researcher

of the Laboratory of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

**Sergey S. Malopheyevev**<sup>3</sup>, PhD (Engineering), senior researcher of the Laboratory

of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

**Sergey Yu. Mironov**<sup>4</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), leading researcher

of the Laboratory of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

**Anna I. Bodyakova**<sup>5</sup>, PhD (Physics and Mathematics), researcher

of the Laboratory of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

Belgorod State University, Belgorod (Russia)

\*E-mail: [nikitin\\_i@bsuedu.ru](mailto:nikitin_i@bsuedu.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5417-9857>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7534-0542>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9145-3723>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2202-1518>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9378-0338>

Received 15.07.2025

Revised 26.08.2025

Accepted 09.09.2025

**Abstract:** The use of friction stir processing (FSP) to modify the physical and mechanical properties of age-hardenable low-alloyed bronzes is a promising and at the same time complex task due to the wide temperature range of its implementation. The difficulty is that friction stir processing of bronzes can result in the formation of fundamentally different types of microstructures with a wide range of grain sizes and various combinations of types of strengthening phases and their various morphologies. Moreover, options are possible when friction stir processing leads to degradation of properties of bronzes. A favorable combination of properties can be achieved by low-temperature friction stir processing. In this work, the main microstructural changes in promising Cu–Cr–Zr–Y bronze were analyzed during low-temperature friction stir processing with a tool rotation speed of 1000 rpm and a feed rate of 25 mm/min (ensuring a temperature in the stir zone of  $\approx 350$  °C). Scanning electron microscopy and EBSD analysis revealed the mechanisms of formation of an ultrafine-grained structure with predominantly high-angle boundaries, as well as the development of two types of simple shear crystallographic textures. It is shown that the  $\text{Cu}_x(\text{Y,Zr})$  phase observed in the initial structure can undergo mechanical destruction or retain its geometric parameters depending on its initial morphology and location. It is shown for the first time that excess Cr particles (the equilibrium fraction at the heating temperature for quenching) may not be destroyed, but plastically deformed with a strong change in their morphology. During friction stir processing of the bronze under study, particles of a new Y-containing phase are released. The paper considered the relationship of the distribution of microhardness and electrical conductivity and the observed changes in the microstructure of a new promising material.

**Keywords:** friction stir processing; low-alloyed bronzes; recrystallization; secondary phases; electrical conductivity.

**Acknowledgments:** The study was supported by grant No. 24-29-00628 from the Russian Science Foundation (<https://rscf.ru/project/24-29-00628/>) using the equipment of the Common Use Center “Technology and materials of BSU”.

The paper was written on the reports of the participants of the XII International School of Physical Materials Science (SPM-2025), Togliatti, September 15–19, 2025.

**For citation:** Nikitin I.S., Kalinenko A.A., Malopheyev S.S., Mironov S.Yu., Bodyakova A.I. Special aspects of microstructure formation in Cu–Cr–Zr–Y bronze under low-temperature friction stir processing. *Frontier Materials & Technologies*, 2025, no. 3, pp. 67–80. DOI: 10.18323/2782-4039-2025-3-73-5.