УДК 620.18:620.111.3:66-98

Ушел из жизни замечательный человек и ученый, один из основоположников метода барокриодеформирования Павел Александрович Хаймович Его светлой памяти посвящена настоящая работа

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ РАЗЛИЧНЫХ РЕЖИМОВ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕДИ

© 2023 г. А. В. Данюк^{*a*}, Д. Л. Мерсон^{*a*}, Е. В. Черняева^{*b*}, *

^а Тольяттинский государственный университет, Тольятти, 445020 Россия ^bCанкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, 199034 Россия *e-mail: lena@smel.math.spbu.ru

Поступила в редакцию 20.12.2022 г. После доработки 28.02.2023 г. Принята к публикации 28.02.2023 г.

Исследованы микроструктура, механические и акустические свойства образцов меди в исходном состоянии и после барокриодеформирования в разных режимах. Показано, что криогенные температуры способствуют значительному измельчению зерен за счет активизации процессов механического двойникования, формируется однородная структура со средним размером зерна 5–8 мкм. Барокриодеформирование при температурах до 125 К приводит к снижению пластичности и значительному увеличению твердости. Дальнейшее понижение температуры, наоборот, способствует существенному увеличению пластичности, а также уменьшению твердости. Отмечена корреляция медианной частоты акустической эмиссии со значением твердости при всех температурах барокриодеформирования.

Ключевые слова: барокриодеформирование, микроструктура, растровая электронная микроскопия, дифракция отраженных электронов, акустическая эмиссия, инструментальное индентирование. **DOI:** 10.31857/S102809602308006X, **EDN:** OBZXYS

введение

Одним из перспективных методов изменения свойств металлических материалов является барокриодеформирование (БКД), при котором материал пластически деформируется в условиях всестороннего сжатия при криогенных температурах [1]. В [2–5] было показано, что температуры ниже 120 К способствуют формированию в металлах структур, отличающихся существенно меньшим размером зерна, чем после деформации при комнатной или повышенных температурах. Высокие гидростатические давления позволяют избежать возникновения микронесплошностей и обеспечивают практически полное устранение дефектов типа пор и трещин, что в совокупности с криогенными температурами позволяет деформировать даже материалы с низкой пластичностью, достигая максимального диспергирования структуры и улучшения механических свойств [6-13].

Деформационная обработка металлов является важной составляющей в различных отраслях промышленности. Поэтому при разработке новых методов пластического деформирования актуальна оценка качества получаемых при этом заготовок.

Целью настоящей работы было установление закономерностей формирования микроструктуры и механических характеристик меди в зависимости от режимов барокриодеформирования температуры и степени деформации. В работе решали следующие задачи: исследовать микроструктуру меди в зависимости от изменения температуры и степени деформации БКД; определить влияние сформировавшейся после БКД микроструктуры на механические свойства меди; ис-

Ofnamu	Параметры				
Образцы	температура, К	деформация δ, %			
№ 1	20				
Nº 2	77				
Nº 3	125	60			
Nº 4	190				
Nº 5	300				
Nº 6	77	40			
Исх. № 7	—	—			

Таблица 1. Режимы БКД исследуемых образцов

следовать поведение параметров акустической эмиссии в процессе индентирования барокриодеформированных образцов меди.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе исследовали образцы бескислородной меди чистотой 99.98%, подвергнутые пластической деформации методом БКД (установка и методика описана в [14]) в различных режимах (табл. 1).

Степень деформации при экструдировании вычисляли по обычной формуле:

$$\delta = \left[\left(d_0^2 - d_k^2 \right) / d_0^2 \right] \times 100\%$$

где d_0 и d_k — начальный диаметр заготовки и диаметр экструдата соответственно. Из полученных экструдатов были изготовлены образцы в виде таблеток толщиной 0.8—1 мм и диаметром 3—4 мм. Для микроскопических исследований они (как и таблетка из исходной меди) были электролитически отполированы до зеркального блеска на установке LectroPol-5. Необходимо отметить, что образцы для настоящего исследования были получены 35 лет назад.

Исследования микроструктуры

Микроструктурные исследования осуществляли методами растровой электронной микроскопии (РЭМ), а также анализируя картины дифракции отраженных электронов. Для РЭМ использовали микроскоп Zeiss SIGMA (Германия). Картины дифракции отраженных электронов получали при помощи детектора (EBSD)EDAX. Полученные картины анализировали с использованием программного обеспечения, поставляемого вместе с РЭМ. Для исследования влияния неоднородности протекания деформации по сечению образца в процессе экструдирования РЭМ-изображения получали в трех областях: на крае образца, в середине радиуса и в центре. Схема проведения РЭМ-исследований представлена в табл. 2.

Детектор отраженных электронов был установлен в порт камеры образцов перпендикулярно оси наклона столика с образцами. При последовательном перемещении электронного зонда по регулярной сетке точек на образце для каждой точки формировалась картина дифракции отраженных электронов, которую анализировали с помощью специализированного программного обеспечения. Полученную информацию использовали для реконструкции микроструктуры в виде ориентационных карт. Карту ориентаций задавали с шагом сканирования между точками 300 нм при увеличении 500× и с шагом 100 нм при увеличении 2000×.

Механические испытания заключались в инструментальном индентировании, которое проводили на установке NANOVEA (США), представляющей собой универсальный измерительный комплекс для исследования процессов контактного деформирования материалов в широком диапазоне нагрузок и скоростей деформирования. Управление установкой и прием данных осуществляли через персональный компьютер. В качестве индентора использовали алмазный наконечник в форме правильной четырехгранной пирамиды с углом $\alpha = 136^{\circ}$ между противоположными гранями при вершине (алмазный наконечник Виккерса).

Образец располагался на предметном столике перпендикулярно оси приложения нагрузки. В испытательном цикле задавали следующие значения: время приложения нагрузки и ее снятия 30 с, время удержания максимальной нагрузки 30 с. Максимальная нагрузка составляла 10 Н при по-

Таблица 2. Схема исследования микроструктуры образцов



стоянной скорости нагружения 20 Н/мин. Типичный вид диаграммы индентирования в координатах F-h (сила—глубина внедрения) представлен на рис. 1. В ходе испытания на диаграмме фиксировали значения нагрузки в зависимости от глубины индентирования, после чего автоматически вычисляли твердость по степени деформации.

Акустико-эмиссионные исследования

Акустико-эмиссионные исследования заключались в изучении сигналов акустической эмиссии, возникающих при внедрении алмазной пирамиды Виккерса на установке NANOVEA. Для регистрации сигналов применяли широкополосный пьезоэлектрический датчик фирмы Fujiceramic, а также усилитель РАС с усилением 66 дБ. Для сбора данных использовали двухканальную 18-битную плату цифровой регистрации сигнала акустической эмиссии PCI-2 фирмы PAC.

В качестве системы сбора данных применяли программное обеспечение AEwin, которое позволяет записывать, сохранять и анализировать сигнал акустической эмиссии, а также (при необходимости) другие параметры эксперимента, например, нагрузку, деформацию, силу трения.

Образец располагался на датчике акустической эмиссии перпендикулярно оси приложения нагрузки, после чего проводили индентирование с одновременным сбором параметров акустической эмиссии. В испытательном цикле задавали следующие значения: время приложения нагрузки и ее снятия 15 с, время удержания максимальной нагрузки 10 с. Максимальная нагрузка индентирования составляла 200 Н при постоянной скорости нагружения 800 Н/мин.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Электронно-микроскопическое исследование

РЭМ-изображение микроструктуры образца меди в исходном состоянии показано на рис. 2а. Наблюдается полиэдрическая структура, состоящая из зерен в форме многогранников, средний размер которых равен 25 мкм. Зерна содержали внутри себя двойники, что характерно для отожженного состояния.

Влияние температуры деформирования на микроструктуру в большей степени проявляется по краям образцов и ослабевает по достижении центра. Влияние температуры БКД на микроструктуру меди в интервале от 300 до 125 К практически одно и то же. Понижение температуры до 125 К способствует измельчению структуры, однако наблюдается более существенная разница в размерах зерен (рис. 3а–3в).

В образцах, деформированных в этой области температур, преобладает текстурный компонент $\langle 111 \rangle$. Этот факт объясняется тем, что в ГЦК-ме-



Рис. 1. Диаграмма F-h: 1 – прямая ветвь, соответствующая увеличению испытательной нагрузки (нагружению); 2 – обратная ветвь, соответствующая уменьшению испытательной нагрузки (разгрузке); 3 – касательная к кривой 2 при F_{max} .

таллах основная плоскость скольжения {111}, поэтому на картинах дифракции отраженных электронов увеличивается площадь участков, связанных с этим механизмом деформации. Однако с понижением температуры скольжение затрудняется, и к числу основных механизмов деформации полключается двойникование, о чем свидетельствует значительное количество двойников в структуре образцов, подвергнутых БКД при криогенных температурах. Это хорошо видно при сравнении микроструктуры всех образцов на изображениях с большим увеличением (рис. 3). Такая разница в активности действующих механизмов деформации обусловлена изменением соотношения величин критического сдвигового напряжения для активации скольжения и напряжения активации двойникования с понижением температуры деформации. Таким образом, понижение температуры деформации до криогенных значений привело к стимулированию механического двойникования и, соответственно, измельчению зеренной структуры.

Согласно полученным результатам, по всей толщине образцов наблюдается относительно однородная микроструктура. При понижении температуры БКД до 77 К значительно увеличивается фрагментация структуры, средний размер зерен составляет около 5–8 мкм. В меди, барокриодеформированной при 20 К, формируется структура с еще большей степенью дисперсности.

При температурах БКД до 125 К в некоторых зонах наблюдается значительная неоднородность зерен по размеру (рис. 4). Вероятно, это рекристаллизованные области, обусловленные длительным хранением образцов при комнатной темпе-



Рис. 2. Медь в исходном состоянии: а – картина дифракции отраженных электронов, увеличение 500×, шаг сканирования 300 нм (на вставках – обратные полюсные фигуры); б – распределение размеров зерен *D*. Направление осей образца: TD – поперечное направление; RD – продольное направление.



Рис. 3. Картины дифракции отраженных электронов в образце меди после БКД на 60% при 300 (a), 190 (б), 125 (в), 77 (д), 20 К (е) и на 40% при 77 К (г). Область исследования – середина радиуса, увеличение 2000×, шаг сканирования 100 нм. На вставках приведены обратные полюсные фигуры.



Рис. 4. Изменение среднего размера зерна *D* в зависимости от температуры БКД (степень деформации 60%) в различных областях образцов меди: *1* – в центре; *2* – в середине; *3* – на крае; *4* – исходное состояние.

ратуре. В общем же полученные данные свидетельствуют о том, что с понижением температуры деформирования формируется структура меди с большей степенью дисперсности по мере снижения температуры БКД.

С целью оценки влияния на формирование микроструктуры степени деформации было проведено сравнение микроструктуры образцов, подвергнутых БКД при температуре 77 К, при степени деформации 40 и 60%. После БКД на 40% при 77 К наблюдается неоднородная структура меди, размер зерна существенно увеличивается от края к центру образца. Активность двойникования незначительна. В этом случае криогенной температуры недостаточно, чтобы в полной мере способствовать диспергированию структуры в процессе БКД (рис. 5). Это свидетельствует о взаимном вкладе температуры и степени деформации в формирование микроструктуры барокриодеформированной меди. Таким образом, при 77 К БКД наиболее эффективно при повышенной степени деформации (60%).

Исследование длин границ разориентации кристаллической решетки образцов меди после БКД, состаренных естественным образом

При исследовании методами РЭМ, дифракции отраженных электронов микроструктуры медных образцов после БКД в диапазоне температур 20—300 К, состаренных естественным образом в течение 35 лет, было установлено существенное отличие контраста картины Кикучи образцов, деформированных при криогенных (20, 77 К), а также пониженных и комнатной температурах (125, 190, 300 К). Карты качества картин Кикучи показаны на рис. 6.

Растровое изображение параметра качества линий Кикучи позволяет оценить степень искажения (дефектности) кристаллической решетки,



Рис. 5. Изменение среднего размера зерна *D* в зависимости от степени деформации БКД (температура деформации 77 К) в различных областях образцов меди: *1* – в центре; *2* – в середине; *3* – на крае; *4* – исходное состояние.

темным цветом показаны области с искажением кристаллической решетки. В исходном материале (рис. 6в) хорошо различимы границы зерен. Площадь каждого зерна сохраняет контраст, что согласуется с данными о предварительном рекристаллизационном отжиге образцов перед БКД и освобождении структуры от дефектов после технологической деформационной обработки [15]. Структура образца после БКД до 60% при 300 К (рис. 6б) насыщена дефектами, границы зерна просматриваются плохо, что говорит о большой накопленной пластической деформации, подробнее такая структура описана в [15].

Наибольший интерес представляет структура образца, деформированного до 60% при 20 К (рис. 6а), которая состоит из областей с высокой концентрацией дефектов (темные участки) и низкой (светлые). На светлых участках хорошо видны не только границы зерна, но и структуры, характерные для двойников, формирующихся в меди при отжиге, однако размер зерна существенно меньше, чем в исходном материале. Это подтверждает предположение, сделанное в [15], о нестабильности структуры меди, полученной методом БКД при очень низкой температуре.

Была проанализирована связь протяженности границ с разориентацией кристаллической решетки и твердостью образцов после естественного старения. Для каждой карты оценивали длину границ с условно малыми (от 3° до 15°) и большими (более 15°) углами разориентации кристаллической решетки. Абсолютные длины границ с определенной разориентацией рассчитывали с применением программного обеспечения OIM (Orientation Imaging Microscopy). Далее вычисля-



Рис. 6. РЭМ-изображение параметра качества картин Кикучи, полученное с центральной части образца, деформированного при 20 (а), 300 К (б), и исходного материала (в). Выделены границы с малыми и большими углами разориентации зерен.

ли относительную длину границ как долю общей протяженности в области сканирования. Результаты представлены в табл. 3. На рис. 7 приведена диаграмма, показывающая долю границ с малыми углами для трех областей сечения образца: центра, середины и края.

Механические испытания

В ходе испытаний методом инструментального индентирования для всех образцов были получены диаграммы нагружения в координатах "нагрузка—глубина внедрения индентора" при монотонном нагружении до 10 Н. Во всех случаях кривая разгрузки имеет вид, характерный для материалов с ярко выраженной пластичностью: в течение разгрузки восстанавливается очень малая часть отпечатка. По результатам индентирования для каждого образца была определена характеристика пластичности δ_A , которую рассчитывают в соответствии с диаграммой нагружения по формуле:

$$\delta_A = \frac{A_p}{A_t} = 1 - \frac{A_e}{A_t},$$

где A_p — работа, затрачиваемая на пластическую деформацию; A_e — работа, затрачиваемая на упругую деформацию; A_t — общая работа деформации при индентировании. Соотношение A_e/A_t может быть определено по соотношению площадей под кривыми разгружения и нагружения (рис. 8). Согласно проведенным вычислениям, при понижении температуры БКД до 125 К пластичность уменьшается, однако при достижении криогенных температур она резко увеличивается, превышая значение для меди в исходном состоянии (рис. 9).

Твердость при индентировании вычисляли как отношение максимальной нагрузки к площади контакта индентора с поверхностью (рис. 10). Согласно полученным значениям, БКД при температурах 190–125 К приводит к увеличению твердости вдвое по сравнению с исходным состоянием. Согласно данным РЭМ, образцы меди, деформированные при этих температурах, имели

Температура БКД, К	Степень деформации, %	Центр		Середина		Край	
		малые	большие	малые	большие	малые	большие
		углы	углы	углы	углы	углы	углы
20	60	0.35	0.65	—	_	0.10	0.90
77	60	0.07	0.93	0.08	0.92	0.04	0.96
125	60	0.74	0.26	0.71	0.29	0.50	0.50
190	60	0.73	0.27	0.67	0.33	0.71	0.29
300	60	0.65	0.35	0.61	0.39	0.63	0.37
77	40	0.74	0.26	0.69	0.31	0.20	0.80
Исходный		0.05	0.95	0.05	0.95	0.05	0.95

Таблица 3. Доли границ разориентации на большие и малые углы кристаллической решетки после БКД



Рис. 7. Доля границ с малыми углами разориентации зерен 3°–15° в различных областях образцов меди: *1*– в центре; *2*– в середине; *3*– на крае; *4*– исходное состояние.



Рис. 9. Изменение пластичности δ_A : *1* – в зависимости от температуры БКД; *2* – исходное состояние.

преимущественную ориентацию (были текстурированы) (рис. 3а–3г) и более высокую плотность дефектов (долю границ с малыми углами разориентации) (табл. 3), что и привело к большему увеличению твердости, чем в случае БКД при криогенных температурах. Характерно, что твердость исследуемых образцов хорошо коррелирует с долей границ с малыми углами разориентации (рис. 7, 10).

Сравнение измеренных значений твердости в образцах, подвергнутых БКД при одной и той же температуре (77 K) и разных степенях деформации, представлено на рис. 11. Как видно, с увеличением степени деформации, несмотря на измельчение зерна, твердость падает, что противоречит известному закону Холла—Петча. Единственным разумным объяснением этого может быть реали-



Рис. 8. Пластическая (A_p) и упругая (A_e) составляющие работы по индентированию.



Рис. 10. Твердость H(1) образцов меди после БКД на 60% при различных температурах деформации и в исходном состоянии (2) и ее сопоставление со средней долей границ с малыми углами разориентации образцов меди после БКД (3) и в исходном состоянии (4).

зация при комнатной температуре за 35 лет вылеживания процесса рекристаллизации, т.е. формирование новых зерен, свободных от дефектов. Действительно, на рис. 3 хорошо видно, что микроструктура образца после БКД при 77 К на 40% (рис. 3г) аналогична микроструктуре образцов, деформированных на 60%, но при более высоких температурах (рис. 3а–3в), и точно так же характеризуется высокой степенью текстурированности (рис. 3, вставки). После БКД на 60% микроструктура становится более равновесной (рис. 3д). Кроме того, как следует из рис. 10, налицо корреляция между поведением твердости и долей границ с малыми углами разориентации – ровно такая же, как и на рис. 7.



Рис. 11. Твердость H(1) образцов меди после БКД при температуре 77 К при различной деформации и ее сопоставление со средней долей границ с малыми углами разориентации (2).



Рис. 13. Зависимость медианной частоты акустической эмиссии F_{AE} : 1 - от температуры БКД; 2 - исходное состояние.

Акустико-эмиссионный анализ

По результатам проведенных испытаний с регистрацией параметров акустической эмиссии на этапе нагружения при индентировании исследуемых образцов были получены значения энергии $E_{A\Im}$ (рис. 12) и медианной частоты F_{AE} (рис. 13), которые являются алгебраическим средним для серии сигналов акустической эмиссии, зарегистрированной при испытании.

Для установления влияния режимов БКД на зарегистрированные в ходе индентирования параметры акустической эмиссии было проведено их сопоставление с измеренными механическими характеристиками (рис. 14). На представленных зависимостях параметров акустической эмиссии и механических характеристик от температуры БКД отчетливо прослеживается корреляция между изменением твердости и медианной частоты, а также пластичности и энергии акустической



Рис. 12. Зависимость энергии акустической эмиссии $E_{A\Theta}$: *1* – от температуры БКД; *2* – исходное состояние.



Рис. 14. Зависимость механических и акустико-эмиссионных характеристик от температуры БКД: пластичности $\delta_A(I)$; твердости H(2); энергии акустической эмиссии $E_{A\Theta}(3)$; медианной частоты акустической эмиссии $F_{AE}(4)$.

эмиссии. Указанные корреляции можно объяснить следующим образом: чем более пластичный материал, тем легче движение дислокаций и тем больше энергия акустической эмиссии. И наоборот, чем тверже материал, тем меньше длина свободного пробега дислокаций и больше значение медианной частоты.

выводы

Чем ниже температура БКД, тем выше степень дисперсности формирующейся структуры меди. БКД при температурах выше 125 К приводит к измельчению зерна, однако при этом формируется неоднородная по сечению структура, средний размер зерна в которой 6–17 мкм. В случае БКД при 77 К и ниже криогенные температуры способствуют значительному измельчению зерен за счет активизации процессов механического двойникования, формируется однородная структура со средним размером зерна 5—8 мкм. Необходимым условием достижения такого результата в случае БКД при криогенных температурах является степень деформации 60%.

БКД при температурах до 125 К приводит к снижению пластичности и значительному увеличению твердости. Дальнейшее понижение температуры в область криогенных значений, наоборот, способствует значительному увеличению пластичности, а также уменьшению твердости.

Сопоставление акустических и механических характеристик выявило корреляцию энергии акустической эмиссии с пластическими свойствами, а медианной частоты ее сигналов — со значением твердости при всех температурах БКД. В свою очередь, твердость исследуемых образцов хорошо коррелирует с долей границ с малыми углами разориентации.

БКД чистой меди при температурах более 100 К формирует стабильную структуру, а при температуре менее 100 К — метастабильную, подверженную возврату и рекристаллизации при комнатной температуре за 35 лет, что очень близко к оценке 38 лет, сделанной в [15].

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках проекта по соглашению № 075-15-2022-1114 и проекта по соглашению № 075-15-2021-709, уникальный идентификатор проекта RF-2296.61321X0037.F.

Конфликт интересов: авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Хаймович П.А.* // Перспективные материалы. Т. III. Тольятти: ТГУ, 2009. С. 363.

- Гиндин И.А., Лазарева М.Б., Лебедев В.П., Стародубов Я.Д. // Физика металлов и металловедение. 1967. Т. 23. № 1. С. 138.
- 3. *Павлов В.А.* // Физика металлов и металловедение. 1989. Т. 6. С. 924.
- Langford G., Cohen M. // Trans. Am. Math. Soc. 1969. V. 82. P. 623.
- 5. Гиндин И.А., Лазарева М.Б., Лебедев В.П., Стародубов Я.Д., Мацевитый В.М., Хоткевич В.И. // Физика металлов и металловедение. 1967. Т. 24. № 2. С. 347.
- 6. *Хаймович П.А.* // Физика и техника высоких давлений. 2013. Т. 23. № 1. С. 56.
- Хаймович П.А. // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 2006. Т. 89. № 4. С. 28.
- Хаймович П.А. Барокриодеформирование металлических материалов // Матер. V Междунар. науч. конф. "Прочность и разрушение материалов и конструкций". Оренбург, 12–14 марта 2008 г. Т. 1. С. 33.
- 9. *Мац А.В., Стародубов Я.Д., Хаймович П.А.* // Вопросы атомной науки и техники. 2002. № 1. С. 161.
- Гиндин И.А., Лазарева М.Б., Лебедев В.П., Стародубов Я.Д., Мацевитый В.М., Хоткевич В.И. // Физика металлов и металловедение. 1967. Т. 24. № 2. С. 347.
- 11. Лившиц Л.Д., Рябинин Ю.Н., Береснев Б.И. // Журн. технической физики. 1965. Т. 36. Вып. 2. С. 348.
- Полухин П.И., Горелик С.С., Воронцов В.К. Физические основы пластической деформации. Учебное пособие для вузов. М.: Металлургия, 1982. 584 с.
- Стародубов Я.Д., Хаймович П.А. // Проблемы прочности. 1975. № 10. С. 116.
- 14. Береснев Б.И., Мартынов Е.Д., Родионов К.П., Булычев Д.К., Рябинин Ю.Н. Пластичность и прочность твердых тел при высоких давлениях. М.: Наука, 1970. 162 с.
- Хаймович П.А. // Физика низких температур. 2018. Т. 44. № 5. С. 463.

Estimation of the Barocryodeformation Effect on the Microstructure and Mechanical Properties of Copper

A. V. Danyuk¹, D. L. Merson¹, E. V. Chernyaeva^{2, *}

¹Togliatti State University, Togliatti, 445020 Russia ²Saint-Petersburg State University, Saint-Petersburg, 199034 Russia *e-mail: lena@smel.math.spbu.ru

The microstructure, mechanical and acoustic properties of copper samples in the initial state and after barocryodeformation in different modes have been studied. It is shown that cryogenic temperatures contribute to significant grain refinement due to the activation of mechanical twinning processes; a homogeneous structure with an average grain size of $5-8 \mu m$ is formed. Barocryodeformation at temperatures up to 125 K leads to a decrease in plasticity and a significant increase in hardness. A further decrease in temperature, on the contrary, contributes to a significant increase in plasticity, as well as a decrease in hardness. A correlation has been noted between the median frequency of acoustic emission and the hardness value at all barocryodeformation temperatures.

Keywords: barocryodeformation, microstructure, scanning electronic microscopy, electron backscatter diffraction, acoustic emission, instrumental indentation.