



Климова Маргарита Викторовна

**ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИОННО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА
СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ
СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C)**

05.16.01 – Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov i spлавов

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2019

Работа выполнена в ФГАОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет».

Научный руководитель: доктор технических наук
Жеребцов Сергей Валерьевич

Официальные оппоненты: Астафурова Елена Геннадьевна, доктор физико-математических наук, доцент, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, г. Томск, ведущий научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений;

Илларионов Анатолий Геннадьевич, кандидат технических наук, доцент, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», доцент кафедры термообработки и физики металлов

Ведущая организация: ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, г. Москва

Защита состоится «18» апреля 2019 г. в 15:00 ч на заседании диссертационного совета Д 212.285.04 на базе ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <http://lib.urfu.ru/mod/data/view.php?d=51&rid=288629>.

Автореферат разослан «__» февраля 2019 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Селиванова Ольга Владимировна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Принципиально новая в материаловедении концепция высокоэнтропийных сплавов (ВЭСов), основанная на создании многокомпонентных систем с отсутствующим основным элементом, была впервые предложена в 2004 году. Высокоэнтропийными называют сплавы, состоящие из 5 и более элементов в атомных концентрациях от 5 до 35%. Первоначально полагали, что высокая энтропия смешения подавляет образование интерметаллидных или упорядоченных фаз, тем самым способствуя формированию простых твердых растворов замещения в ВЭСах. К настоящему времени надежно установлено, что высокая конфигурационная энтропия не является достаточным условием для образования однофазных твердых растворов; при этом сложившаяся терминология (ВЭСы) в научной литературе в основном сохранена, что выделяет такие сплавы в отдельный узнаваемый класс металлических материалов. В настоящее время наибольшее внимание исследователей, работающих в данной области, сосредоточено на возможности создания новых композиционно-сложных (или безосновных) сплавов, располагающихся в центральной области многокомпонентных диаграмм состояния, в отличие от традиционной парадигмы, когда новые сплавы получают легированием основного элемента, т.е. двигаются от вершин концентрационных многоугольников.

Было показано, что предложенный подход, благодаря огромному количеству возможных композиций и вариантов легирования, может приводить к созданию сплавов с разнообразными структурами и уникальными физико-механическими свойствами. Например, эквиатомный сплав CoCrFeMnNi , имеющий однофазную ГЦК структуру неупорядоченного твердого раствора, демонстрирует чрезвычайно высокую пластичность, ударную вязкость и вязкость разрушения при комнатной и криогенных температурах. Кроме того, для этого сплава характерно низкое значение энергии дефекта упаковки (ЭДУ) равное $\sim 20\text{-}30$ мДж/м², что для традиционных ГЦК сплавов соответствует интервалу, в котором наблюдается интенсивное механическое двойникование. Однако, на момент постановки задачи настоящего исследования в сплаве CoCrFeMnNi двойникование, как ведущий механизм деформации, было обнаружено только в ходе деформации при криогенной температуре.

Одним из основных вопросов, возникающих при исследовании совершенно нового металлического материала, такого, как ВЭС, является определение референтного сплава. Принимая во внимание одинаковый тип кристаллической решетки, структуру однофазного твердого раствора и близкие значения ЭДУ, в настоящей работе для сравнения была выбрана аустенитная высокомарганцевая TWIP сталь, которая, по предварительным данным, обладает схожим деформационным поведением и характером микроструктурных изменений. Кроме того, ВЭСы с ГЦК решеткой системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni , так же как и TWIP стали, демонстрируют довольно низкий предел текучести (~ 200 МПа) при комнатной температуре. Упрочнение таких сплавов может быть достигнуто путем уменьшения размера зерен до ультрамелкозернистого состояния в ходе деформационно-термической обработки, в том числе за счет развития двойникования. При этом

интенсивность двойникования, а, следовательно, и кинетика измельчения структуры сплавов, может быть значительно увеличена за счет уменьшения температуры деформации вследствие различной зависимости критического напряжения сдвига для двойникования и скольжения от температуры.

Еще одним перспективным подходом к упрочнению ВЭСов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni представляется легирование с целью повышения твердорастворного упрочнения и/или выделения дисперсных частиц вторых фаз. Известно, что легирование элементами внедрения, в частности углеродом, может эффективно увеличить прочность сплавов на основе 3d переходных элементов без значительных потерь в пластичности. Также положительное влияние на дисперсионное упрочнение сплавов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni может оказывать добавление алюминия. При этом легирование углеродом и алюминием, по-видимому, будет оказывать заметное влияние на действующие механизмы пластической деформации сплава CoCrFeMnNi вследствие изменения энергии дефекта упаковки. Однако в литературе отсутствуют систематические исследования влияния состава и структуры, а также режимов деформационно-термической обработки на упрочнение и результирующие механические свойства сплавов на основе системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni, легированных Al и C.

Степень разработанности темы исследования

К настоящему времени исследованию и разработке высокоэнтропийных сплавов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni, включая эквиатомный сплав CoCrFeMnNi посвящено довольно большое количество работ зарубежных и российских ученых (В. Cantor, с соавторами, E.P. George с соавторами, Г.А. Салищева с соавторами, D. Raabe с соавторами, и др.), однако на момент постановки задачи однозначного понимания о развитии процесса механического двойникования в сплаве CoCrFeMnNi достигнуто не было. При этом некоторые авторы (А. Zaddach, D. Raabe) проводят аналогию между высокоэнтропийными ГЦК сплавами системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni и аустенитными высокомарганцевыми сталями ввиду развития в них TWIP эффекта, и как следствие, реализации значительного деформационного упрочнения.

Влияние состава и термомеханической обработки на возможность дисперсионного упрочнения сплавов карбидами, частицами L1₂, B2 и сигма фаз было изучено в работах Z.P. Lu, R. Banerjee, D. Raabe, Г.А. Салищева, и т.д. Тем не менее, информация о влиянии углерода на фазовый состав, энергию дефекта упаковки, механизмы деформации сплава в литературе довольно противоречива. Также, отсутствуют данные о влиянии одновременного легирования углеродом и алюминием на эволюцию микроструктуры и механические свойства сплава системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni. Данные аспекты определили тему, постановку цели и задач исследования.

Цель работы – установить закономерности эволюции микроструктуры и механических свойств ВЭСов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C) и TWIP стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в ходе деформационно-термической обработки.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Установить стадийность эволюции микроструктуры ВЭСа CoCrFeMnNi и TWIP стали в ходе прокатки при комнатной температуре;

2. Определить влияние криогенной температуры деформации на структуру и механические свойства ВЭСа CoCrFeMnNi и TWIP стали;

3. Установить влияние легирования углеродом (C) и алюминием (Al) на структуру, механизмы деформации и свойства сплава системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni;

4. Установить закономерности структурных изменений при статической рекристаллизации в ходе последеформационных отжигов в ВЭСах системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C);

5. Разработать режим деформационно-термической обработки, обеспечивающий высокую прочность и пластичность ВЭСа системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C).

Научная новизна:

1. Установлено, что в экваторном сплаве CoCrFeMnNi эволюция микроструктуры в ходе прокатки при комнатной температуре имеет следующую стадийность по мере повышения степени деформации: увеличение плотности дислокаций ($\varepsilon=5-20\%$); интенсивное деформационное двойникование ($\varepsilon=20-60\%$); формирование полос сдвига ($\varepsilon=60-80\%$). Показано, что уменьшение температуры деформации до -196°C приводит к смещению стадии двойникования к меньшим степеням деформации и интенсификации двойникования. Обнаружено, что при качественно схожей картине эволюции микроструктуры в аустенитной TWIP стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в ходе прокатки при комнатной и криогенной температурах, деформация стали при -196°C дополнительно сопровождается образованием ε мартенсита.

2. В сплаве CoCrFeMnNi, прокатанном при комнатной температуре на 80% и отожжённом при $500-900^\circ\text{C}$, обнаружено формирование обогащенных хромом частиц с ОЦК решеткой после отжига в интервале температур $500-700^\circ\text{C}$ и частиц сигма фазы - при температурах $600-800^\circ\text{C}$. Выделение частиц вторых фаз после отжига при температурах $500-600^\circ\text{C}$ приводит к увеличению прочности сплава по сравнению с состоянием, полученным холодной деформацией на 80%.

3. Установлено, что легирование 0,7 ат.% углерода (C) и 3,4 ат.% алюминия (Al) повышает энергию дефекта упаковки однофазного ГЦК сплава CoCrFeMnNi, тем самым замедляя развитие двойникования на начальных этапах деформации. Показано, что прокатанный на 80% при комнатной температуре сплав CoCrFeMnNi(Al,C) демонстрирует более высокие прочностные характеристики по сравнению экваторным сплавом CoCrFeMnNi вследствие большего вклада твердорастворного упрочнения в общую прочность из-за легирования углеродом и алюминием.

4. Показано, что отжиг в интервале температур $700-1100^\circ\text{C}$ сплава CoCrFeMnNi(Al,C), прокатанного при комнатной температуре на 80%, приводит к формированию наноразмерных карбидов типа Me_{23}C_6 . При низких температурах отжига $700-900^\circ\text{C}$ выделение карбидов происходит в виде плоских скоплений, параллельных плоскости прокатки.

5. Установлено, что в отожженных после холодной прокатки на 80% ВЭСах наибольший вклад в прочность дает зернограничное упрочнение. В то же время в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) после холодной прокатки и отжига при температурах $700-$

900°C наноразмерные карбиды обеспечивают прирост прочности, сопоставимый с зернограничным упрочнением.

Теоретическая и практическая значимость работы:

Теоретическая значимость работы заключается в установлении закономерностей эволюции структуры высокоэнтропийных сплавов на базе системы CoCrFeMnNi и их механических свойств, а также определении взаимосвязей между составом, структурой и свойствами сплавов, имеющих фундаментальную ценность для развития области материаловедения, связанной с разработкой новых металлических материалов и методов их обработки.

Практическая значимость заключается в возможности использования данного класса материалов для изготовления сложнопрофильных деталей, требующих больших степеней холодной пластической деформации, и последующей термической обработки, что обеспечивает заметно более высокую прочность по сравнению с TWIP сталью. Разработан режим деформационно-термической обработки сплава CoCrFeMnNi(Al,C), включающий холодную прокатку до степени деформации 80% и отжиг при температуре 700°C, что дает хороший баланс прочности ($\sigma_{0,2}=870$ МПа и $\sigma_B=1060$ МПа) и пластичности ($\delta=25\%$).

Получены: ноу-хау №216 от 06.10.2016г. «Способ получения композита TiC - AlCoCrFeNi с высокими механическими характеристиками» / Климова М.В; ноу-хау №261 от 10.12.2018г. «Способ деформационно-термической обработки высокоэнтропийных сплавов системы CoCrFeMnNi(Al,C)» / Климова М.В., Степанов Н.Д., Жеребцов С.В.

Методология и методы диссертационного исследования

Методологической основой исследования послужили работы ведущих зарубежных и российских ученых в области многокомпонентных высокоэнтропийных сплавов, государственные стандарты РФ, а также положения физической химии, физических методов исследования, физики прочности и пластичности.

Для достижения поставленной цели и задач в диссертационной работе были использованы следующие методы исследования: рентгеноструктурный анализ, сканирующая электронная микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия, испытания на одноосное растяжение, измерение твердости, моделирование равновесных фазовых диаграмм методом CALPHAD.

На защиту выносятся следующие основные положения и результаты:

1. Стадийность эволюции микроструктуры и механические свойства ВЭСа CoCrFeMnNi и TWIP стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в зависимости от степени деформации при комнатной и криогенной (-196°C) температурах.
2. Влияние легирования углеродом и алюминием на структуру, механизмы деформации и свойства сплава системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni в ходе деформационной обработки.
3. Влияние температуры и времени последеформационных отжигов на закономерности формирования структуры при статической рекристаллизации сплавов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C).

4. Механическое поведение и анализ вкладов механизмов упрочнения в сплавах системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C), подвергнутых деформационно-термической обработке.

Степень достоверности результатов диссертации определяется применением комплекса современной экспериментальной техники и измерительных приборов, взаимодополняющих методов исследования, а также воспроизводимостью и непротиворечивостью результатов, полученных различными методами.

Апробация результатов работы

Материалы диссертации докладывались на следующих конференциях: The 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD 2014), 30 июня-4 июля 2014, Метц, Франция; XV Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых, 8-12 декабря 2014, Екатеринбург, Россия; VI Международная конференция Деформация и разрушение материалов и наноматериалов (FNM 2015), 10-13 ноября 2015, Москва, Россия; XVI International conference on intergranular and interphase boundaries in materials (ИВ 2016), 23-27 мая 2016, Москва, Россия; 9th International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC'2016), 29 мая-3 июня, Грац, Австрия; IX евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2018, 24-26 апреля 2018, Москва, Россия; International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC'2018), 8-13 июля, Париж, Франция; 13 International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2018) 19-22 августа, Санкт-Петербург, Россия.

Вклад автора

Личное участие автора в полученных результатах состоит в выполнении основного объема экспериментальных исследований, изложенных в диссертационной работе, включающих: подготовку объектов исследования, проведение экспериментов, обработку результатов исследования, участие в разработке методик проведения экспериментов и обсуждении полученных результатов, подготовку материалов для статей и докладов.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 7 научных работ в научных журналах, включенных в перечень рецензируемых научных изданий, определенных ВАК, и 7 тезисов в сборниках трудов конференций.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения и списка литературы; изложена на 151 странице, включает 66 рисунков и 18 таблиц. Список литературы содержит 177 наименований.

Автор выражает благодарность к.т.н. Степанову за помощь в проведении исследований и обсуждении результатов.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Во **введении** обусловлена актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, научная новизна и практическая значимость диссертационной работы.

В **первой главе** выполнен обзор литературных источников по тематике диссертационной работы. Рассмотрены феноменология, термодинамика и условия образования твердых растворов в ВЭСах. Проанализированы особенности эволюции структуры и свойств ВЭСов на основе системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni в ходе различных термических и деформационных обработок. Рассмотрено влияние легирования углеродом, алюминием на структуру, фазовый состав и механические свойства сплавов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni. Дана характеристика высокомарганцевых аустенитных сталей, демонстрирующих TWIP эффект, как референтных сплавов. По результатам аналитического обзора сформулирована цель и задачи работы.

Во **второй главе** представлено описание изученных материалов, режимов их обработки и использованных методик. В качестве материалов исследования были выбраны следующие сплавы: эквиатомный высокоэнтропийный сплав CoCrFeMnNi, сплав системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni, легированный алюминием и углеродом, а также TWIP сталь Fe-0,3C-23Mn-1,5Al. Химические составы ВЭСов (вес.% и ат.%) и стали (вес.%) представлены в таблицах 1 и 2, соответственно.

Таблица 1 – Химические составы ВЭСов

Сплав		Co	Cr	Fe	Mn	Ni	Al	C
CoCrFeMnNi	ат.%	19,9	20,6	20,1	19,5	20,0	–	–
	вес.%	20,9	19,1	20,0	19,1	20,9	–	–
CoCrFeMnNi(Al,C)	ат.%	22,4	19,7	22,9	8,6	22,4	3,4	0,7
	вес.%	23,9	18,6	23,2	8,7	23,9	1,7	0,15

Таблица 2 – Химический состав стали (вес. %)

Сплав	C	Mn	Al	Si	Cr	S	P	Fe
Fe-0,3C-23Mn-1,5Al	0,3	23,1	1,5	0,09	0,08	0,006	0,017	ост.

Эквиатомный сплав CoCrFeMnNi был получен методом электродуговой плавки и литья в водоохлаждаемую медную изложницу. Для обеспечения химической однородности, слитки переплавляли не менее 5 раз. Полученные слитки имели размеры 10x15x50 мм³. Затем сплав подвергался гомогенизационному отжигу при температуре 1000°C в течение 24 ч.

Сплав CoCrFeMnNi(Al,C) был получен методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). В качестве исходного материала использовали смесь порошков оксидов основных элементов (NiO, Cr₂O₃, Co₃O₄, Fe₂O₃, MnO₂), чистого углерода (C) и алюминия (Al) в качестве восстановителя. После чего сплав был переплавлен с использованием индукционной печи и отлит в слиток диаметром 40 мм и длиной 80 мм. Концентрация углерода и алюминия обеспечивала формирование однофазного ГЦК твердого раствора.

Сталь в исходном состоянии была получена в виде слитка размерами 140x140x140 мм³ и подвергнута прокатке при температуре 1150°C с последующим гомогенизационным отжигом при температуре 1150°C в течение 1ч. Количество

углерода и алюминия в стали сопоставимо с их концентрацией в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C).

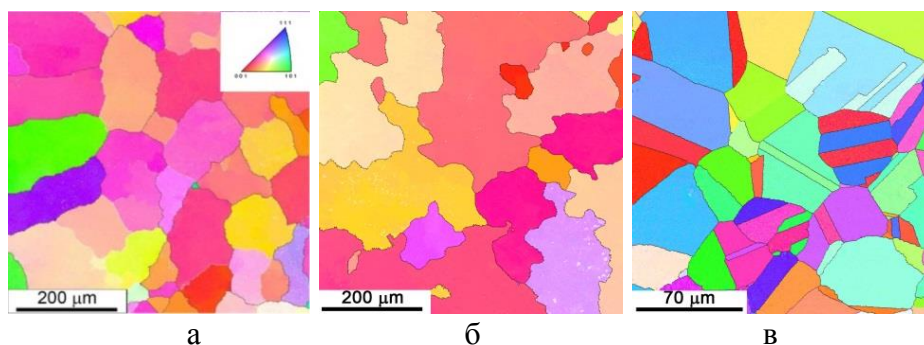


Рисунок 1 – Микроструктура сплавов в исходном состоянии: CoCrFeMnNi (а); CoCrFeMnNi(Al,C) (б); TWIP сталь (в)

Все сплавы были подвергнуты однонаправленной плоской прокатке при комнатной температуре до максимальной степени деформации 80%. TWIP сталь и сплав CoCrFeMnNi были дополнительно прокатаны при -196°C . Степень обжатия за проход составляла 4-6% от толщины. Кроме того, ВЭС CoCrFeMnNi был подвергнут кручению под высоким давлением (КВД) при комнатной и криогенной температурах. Для всех материалов после прокатки были проведены рекристаллизационные отжиги в интервале температур $500-1100^{\circ}\text{C}$ в течение 1 часа. Кроме того, в ВЭСах была изучена кинетика рекристаллизации при температурах 600 и 900°C в течение 1-50 часов.

Моделирование фазовых диаграмм сплавов производилось с помощью программы Thermo-Calc и базы данных TCHEA2 «TCS High Entropy Alloys Database». Микроструктура сплавов изучалась с использованием методов рентгеноструктурного анализа (РСА), сканирующей (СЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии. Рентгеноструктурный анализ проводился с использованием дифрактометра RIGAKU на $\text{CuK}\alpha$ излучении. Изучение микроструктуры методом СЭМ были выполнены на микроскопах Quanta 200 3D и Quanta 600FEG, оснащенных детектором обратно-рассеянных электронов и приставкой энергодисперсионного анализа. Для исследования тонкой структуры использовался просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM2100, с ускоряющим напряжением 200 кВ и оснащенный энергодисперсионным детектором для химического анализа.

Механические свойства сплавов определялись в ходе испытаний на растяжение при комнатной температуре плоских образцов с размерами рабочей части $6 \times 3 \times 1 \text{ мм}^3$. Начальная скорость деформации составляла 10^{-3} с^{-1} . Микротвердость по Виккерсу измерялась в соответствии с ГОСТ 9450-76 с нагрузкой 0,2 кг и временем выдержки 10 с.

В третьей главе было проведено исследование закономерностей формирования структуры в TWIP стали в ходе прокатки и последующего отжига как модельного однофазного ГЦК сплава с низкой энергией дефекта упаковки ($\sim 25 \text{ мДж/м}^2$).

Микроструктура TWIP стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в исходном состоянии представлена аустенитными зернами размером ~ 40 мкм (рис. 1в). Показано, что при комнатной температуре деформационное двойникование развивается в благоприятно ориентированных зернах на начальных этапах прокатки (рис. 2а). С повышением степени деформации до 20% происходит увеличение количества двойников и доли двойникованных зерен (рис. 2б). Прокатка со степенью 40% приводит к развитию множественного двойникования (рис. 2в). Увеличение степени деформации до 60-80% (рис. 2г,д) инициирует интенсивное двойникование и образование полос сдвига, что приводит к фрагментации и формированию преимущественно ламельной структуры, ориентированной вдоль направления прокатки.

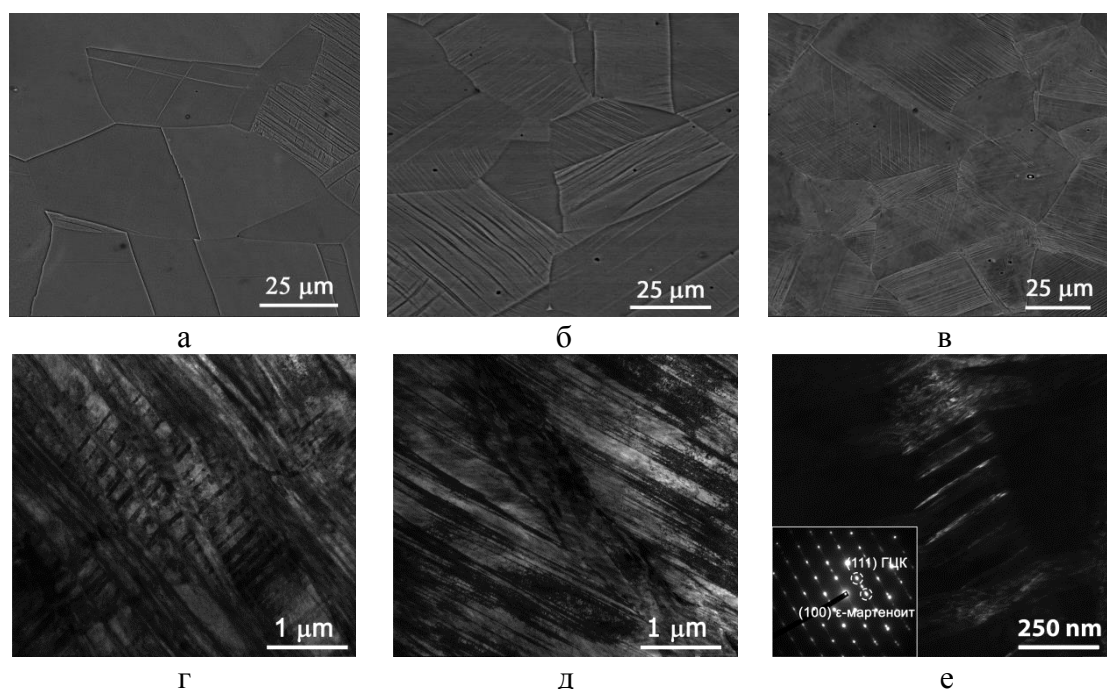


Рисунок 2 – Эволюция микроструктуры стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в ходе прокатки при комнатной температуре на степень деформации: $\epsilon=10\%$ (а); $\epsilon=20\%$ (б); $\epsilon=40\%$ (в); $\epsilon=60\%$ (г); $\epsilon=80\%$ (д); темнопольное изображение ϵ -мартенсита после прокатки при $T=-196^\circ\text{C}$ до $\epsilon=20\%$ (е)

Понижение температуры деформации до криогенной (-196°C) приводит к образованию в стали деформационного ϵ -мартенсита, который имеет пластинчатую морфологию, и выглядит подобно двойникам деформации (рис. 2е). Рентгеноструктурный анализ показал наличие заметного количества ϵ -мартенсита ($\sim 14\%$) в стали уже на начальных степенях криогенной деформации.

Для получения равноосной ультрамелкозернистой структуры в стали после максимальной степени деформации был проведен рекристаллизационный отжиг в интервале температур $500-900^\circ\text{C}$. После комнатной прокатки и отжига при 500°C в течение 1 часа наблюдается возникновение отдельных зерен размером около 50-100 нм (рис. 3а) при сохранении обширных не охваченных рекристаллизацией областей с развитой субструктурой (рис. 3б). Полностью рекристаллизованная аустенитная структура со средним размером зерен 1,3 мкм была сформирована отжигом при температуре 600°C (рис. 3в). Дальнейшее увеличение температуры отжига ведет к увеличению среднего размера зерен и количества двойников отжига (рис. 3г).

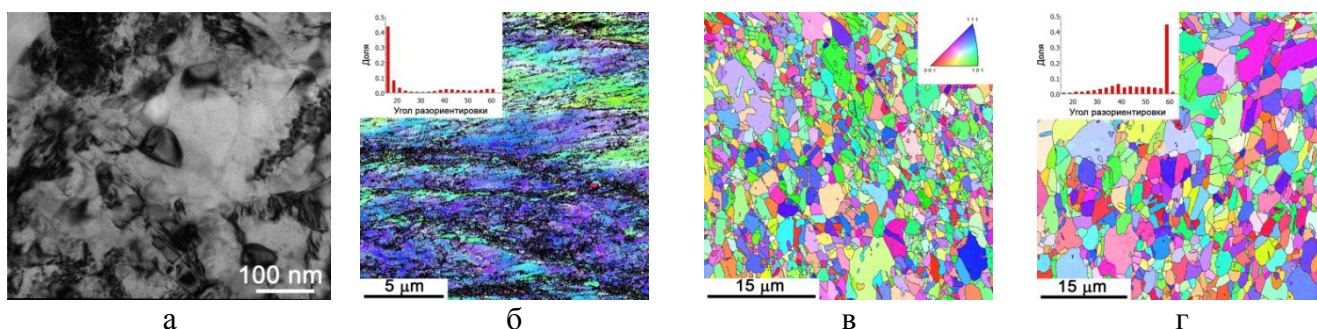


Рисунок 3 – Микроструктура прокатанной при комнатной температуре TWIP стали после отжига при температурах 500°C (а, б); 600°C (в); 700°C (г)

В **четвертой главе** рассмотрены особенности эволюции микроструктуры высокоэнтропийного эквиатомного сплава CoCrFeMnNi в ходе деформационно-термической обработки.

В исходном состоянии сплав имеет однофазную ГЦК микроструктуру со средним размером зерен 200 мкм (рис. 1а). Закономерности формирования микроструктуры ВЭСа в ходе деформации качественно схожи с микроструктурными изменениями, происходящими в TWIP стали, однако наблюдаются некоторые отличия.

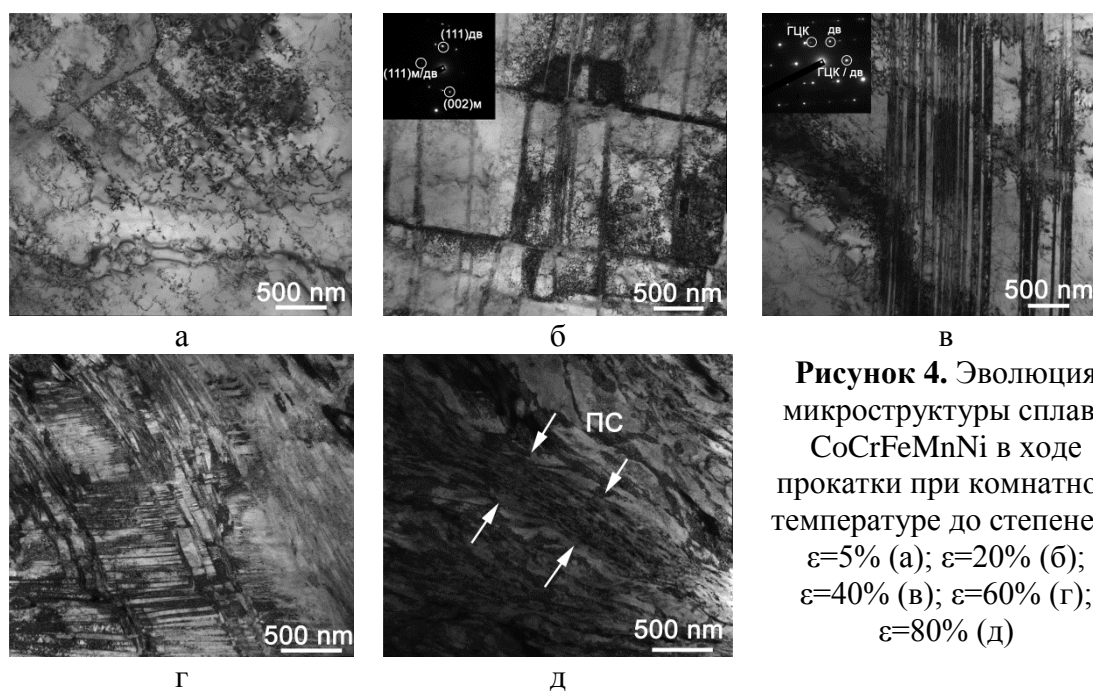


Рисунок 4. Эволюция микроструктуры сплава CoCrFeMnNi в ходе прокатки при комнатной температуре до степеней: $\varepsilon=5\%$ (а); $\varepsilon=20\%$ (б); $\varepsilon=40\%$ (в); $\varepsilon=60\%$ (г); $\varepsilon=80\%$ (д)

На начальных этапах прокатки при комнатной температуре эволюция микроструктуры в большей степени связана с образованием дислокационных скоплений и формированием субструктуры внутри исходных зерен (рис. 4а). Увеличение степени деформации (20-40%) ведет к активации механического двойникования – образованию двойников шириной $\sim 20-50$ нм, принадлежащих к семейству $\{111\} \langle 112 \rangle$ и повышению плотности дислокаций в междвойниковом пространстве (рис. 4б, в). Результатом дальнейшей деформации (60-80%) является увеличение плотности двойников, уменьшение расстояния между ними и образование полос сдвига (рис. 4 г, д). Полосы сдвига возникают в виде полос локализованной деформации, перерезающих образованные на предыдущих стадиях

двойники деформации под углом $\sim 30^\circ$. После максимальной деформации при комнатной температуре ВЭС имеет преимущественно пластинчатую структуру, ориентированную вдоль плоскости прокатки.

Деформация сплава CoCrFeMnNi при криогенной температуре ведет к смещению стадии двойникования к меньшим степеням деформации и более ранней фрагментации микроструктуры. Интенсивная деформация двойникованием при криогенной температуре начинается уже после прокатки на 5% (рис.5а). Деформация в интервале 20-40% (рис. 5б,в) обеспечивает развитие множественного двойникования, существенное, по сравнению с комнатной деформацией, увеличение плотности двойников и уменьшение расстояния между ними.

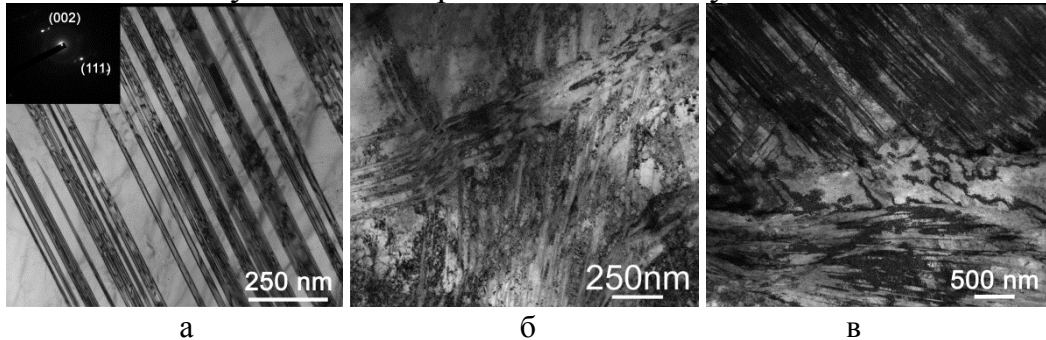


Рисунок 5 – Эволюция микроструктуры сплава CoCrFeMnNi в ходе прокатки при криогенной температуре до степеней: $\varepsilon=5\%$ (а); $\varepsilon=20\%$ (б); $\varepsilon=40\%$ (в)

Количественный анализ микроструктуры (рис. б) показал при качественно схожем поведении резкое увеличение количества двойников и двойникованных зерен на начальных этапах криогенной прокатки по сравнению с деформацией при комнатной температуре. Доля двойникованных зерен достигает практически максимального значения 0,97 после степени деформации 25% при -196°C , тогда как при комнатной температуре эта величина составляет 0,64 (рис. 6а). Тем не менее, при достижении 40% комнатной прокатки каждое зерно вовлекается в двойникование. Более интенсивное двойникование при криогенной температуре связано с меньшей плотностью дислокаций (рис. 6б) на всем интервале степеней деформации, что подтверждает уменьшение вклада дислокационного скольжения как ведущего механизма деформации. Расстояние между двойниками (рис. 6в) немонотонно уменьшается и после степени 40% наблюдается стадия насыщения. По достижении максимальной деформации расстояние между границами двойников составляет около 50 и 70 нм в случае прокатки при $T=-196^\circ\text{C}$ и $T=20^\circ\text{C}$.

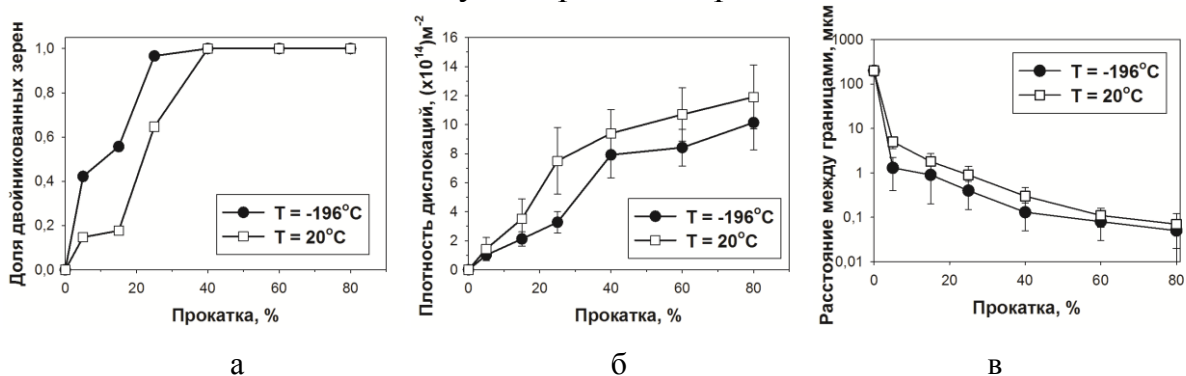


Рисунок 6 – Влияние степени деформации на: долю двойникованных зерен (а); плотность дислокаций (б); расстояние между двойниками (в) в сплаве CoCrFeMnNi

После максимальной степени деформации 80% при комнатной температуре был проведен рекристаллизационный отжиг сплава в интервале температур 500-900°C (рис. 7, таблица 3). Отжиг при температуре 500°C (фиг. 7а) не приводит к каким-либо значительным изменениям в структуре деформированной ГЦК-матрицы; однако в полосах сдвига отмечается выделение наноразмерных частиц с ОЦК решеткой (вставка на рис. 7а). Увеличение температуры до 600°C способствует развитию процесса первичной рекристаллизации и формированию зерен со средним размером 1,3 мкм (рис. 7б). При данной температуре преимущественно в рекристаллизованных областях были выявлены как мелкие сферические частицы с ОЦК решеткой, так и более грубые частицы σ фазы с тетрагональной решеткой. Оба типа частиц обогащены хромом (~37% и 43% Cr для частиц с ОЦК решеткой и сигма фазы, соответственно). Дальнейшее увеличение температуры отжига ведет к полной рекристаллизации и увеличению размера ГЦК зерен с 2 мкм после отжига при 700°C до 17 мкм - при 900°C (рис. 7в, д). Отжиг при температуре 800°C обеспечивает полное растворение частиц с ОЦК решеткой. После отжига при 900°C выделения частиц не происходит.

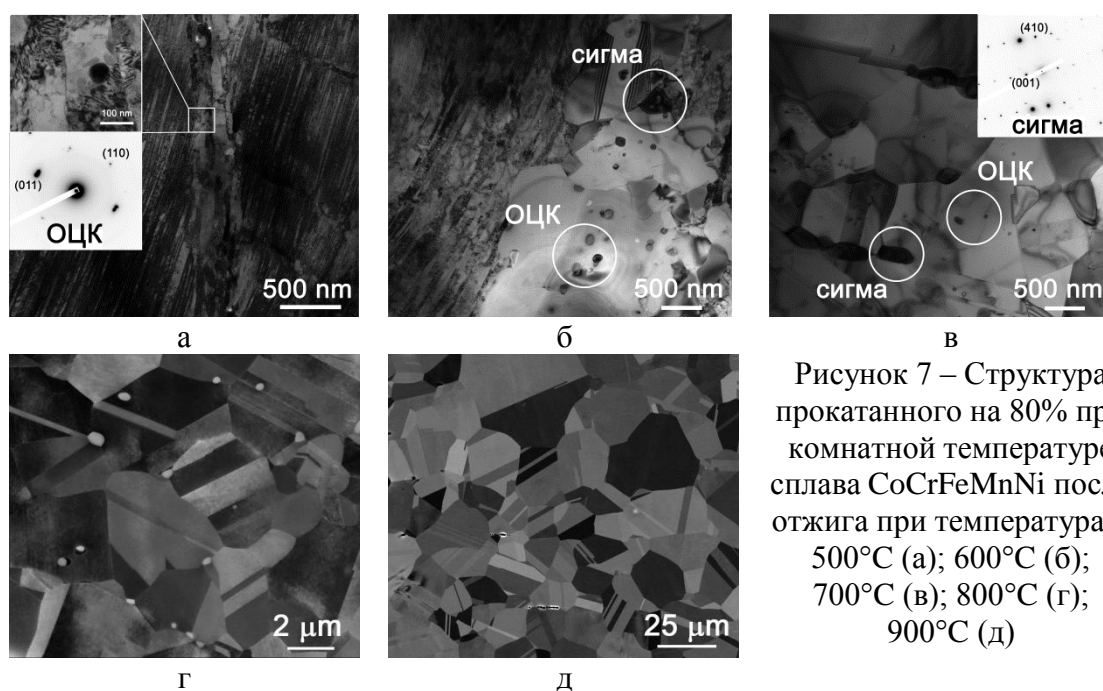


Рисунок 7 – Структура прокатанного на 80% при комнатной температуре сплава CoCrFeMnNi после отжига при температурах: 500°C (а); 600°C (б); 700°C (в); 800°C (г); 900°C (д)

Таблица 3 – Параметры микроструктуры сплава CoCrFeMnNi после отжига при температурах 500-900°C

Температура отжига, °C		500	600	700	800	900
Частицы с ОЦК решеткой	Доля, %	0,8	1,2	0,4	-	-
	Размер, нм	35±15	70±30	75±15	-	-
Частицы σ фазы	Доля, %	-	2,1	2,7	0.2	-
	Размер, нм	-	220±110	310±130	420±135	-
Рекристаллизованные ГЦК зерна	Доля, %	-	65	100	100	100
	Размер, мкм	-	1,3±0,7	2,0±0,9	3,6±1,7	17,1±8,2

Для анализа кинетики укрупнения структуры в ходе отжига при температуре 600°C была использована функция степенного закона от времени отжига, $d \sim t^{1/n}$ (где n – постоянная, зависящая от механизма укрупнения) в двойных логарифмических координатах (рис. 8).

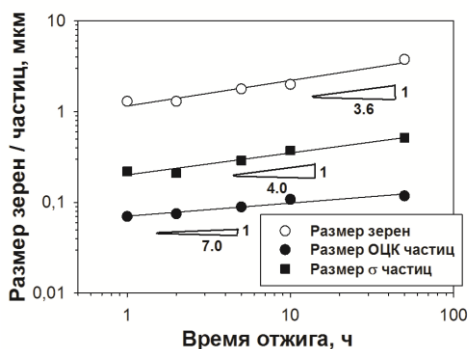


Рисунок 8 – Зависимости размеров зерен и частиц от времени отжига при температуре 600°C

Установлено, что рост ГЦК зерен контролируется сигма частицами, укрупнение которых определяется зернограничной диффузией ($n=4$). ОЦК частицы растут довольно медленно, оставаясь практически стабильными при этой температуре ($n=7$). Вклад каждого типа частиц в торможение роста зерен в сплаве CoCrFeMnNi был рассчитан в соответствии с механизмом Зинера. Установлено, что частицы сигма фазы, расположенные по границам, обеспечивают наибольший вклад в торможение роста зерен при статической рекристаллизации.

В пятой главе изучено влияние легирования алюминием и углеродом на структуру и механизмы деформации сплава системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni.

Введение 3,4 ат.% Al и 0,7 ат.% C не приводит к выделению вторых фаз в сплаве, он сохраняет однофазную ГЦК структуру с размером зерен 250-400 мкм (рис. 1б). На рисунке 9 представлена эволюция микроструктуры сплава CoCrFeMnNi(Al,C) в ходе прокатки при комнатной температуре.

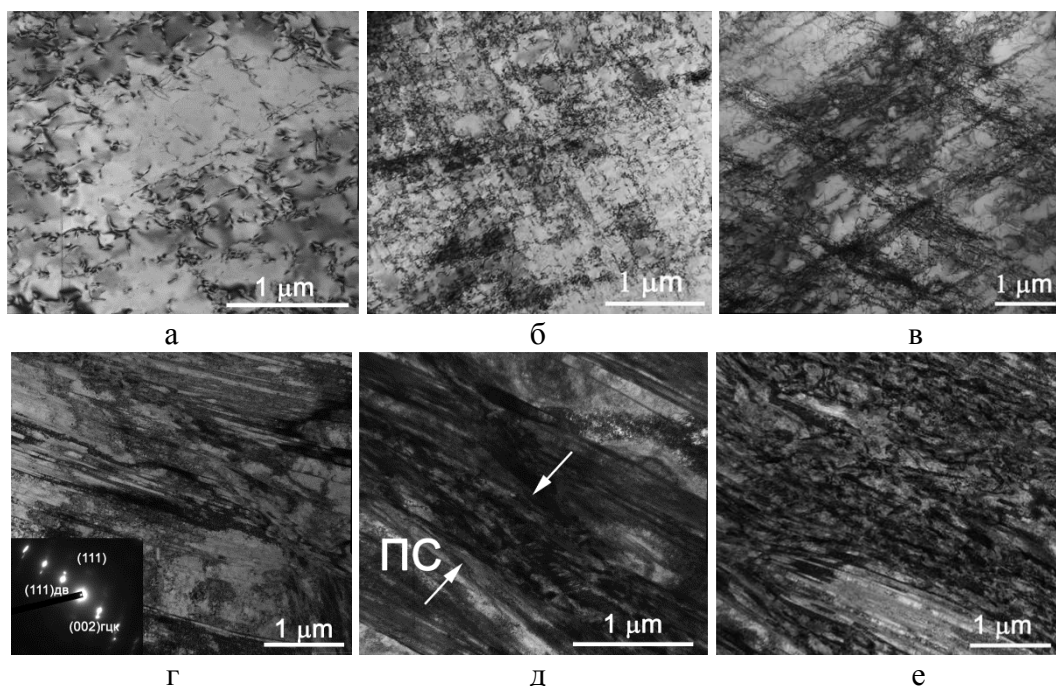


Рисунок 9 – Эволюция микроструктуры сплава CoCrFeMnNi(Al,C) в ходе прокатки при комнатной температуре до степеней: $\epsilon=5\%$ (а); $\epsilon=10\%$ (б); $\epsilon=20\%$ (в); $\epsilon=40\%$ (г); $\epsilon=60\%$ (д); $\epsilon=80\%$ (е)

Установлено, что легирование сплава CoCrFeMnNi значительно продлевает стадию дислокационного скольжения при прокатке (рис. 9а-в). На начальном этапе прокатки происходит быстрое накопление дислокаций (5%), затем дислокации выстраиваются в плоские скопления (10%), развивается множественное скольжение (20%). Одновременно с этим начинают появляться отдельные деформационные двойники. После прокатки со степенью 40% наблюдается развитие интенсивного двойникования $\{111\} \langle 112 \rangle$ (рис. 9г). Далее эволюция микроструктуры происходит подобно сплаву CoCrFeMnNi – увеличение плотности двойников, образование полос

сдвига и формирование ламельной фрагментированной структуры, состоящей из двойникованных и субзеренных областей (рис. 9д,е).

Легирование сплава CoCrFeMnNi алюминием и углеродом приводит к более позднему развитию стадии деформационного двойникования (рис. 10а). Например, после деформации на 20% в эквИАтомном сплаве двойникование наблюдается в более чем половине зерен, тогда как в легированном сплаве доля двойникованных зерен составляет ~10%. С увеличением степени деформации при прокатке двойникование развивается очень быстро, и различие между сплавами нивелируется. Зависимость плотности дислокаций от деформации в сплавах подобна, однако в случае легированного сплава CoCrFeMnNi(Al,C) плотность дислокаций в ~2 раза выше при сравнимых степенях, чем в эквИАтомном сплаве (рис. 10б). Расстояние между границами в сплаве CoCrFeMnNi уменьшается намного быстрее из-за более раннего начала двойникования, достигая сравнимых значений ~70-90 нм при 80% (рис. 10в).

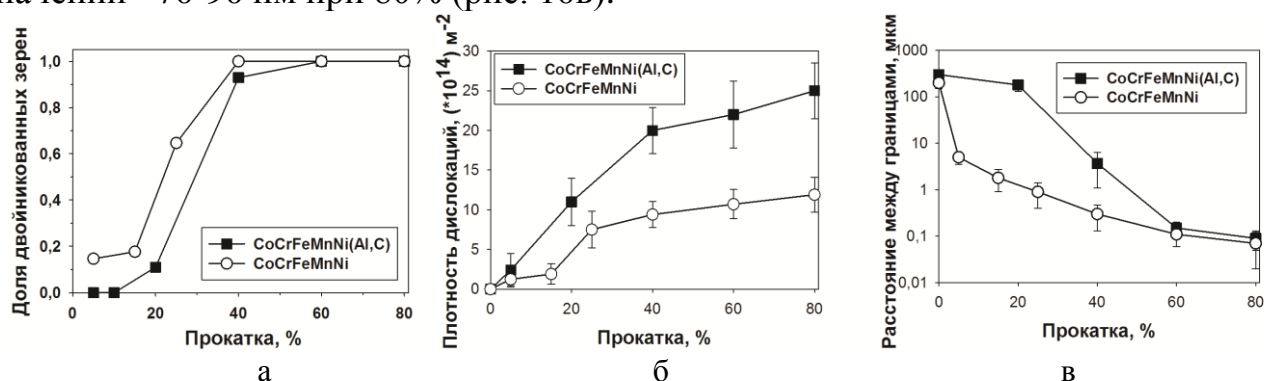


Рисунок 10 – Влияние степени деформации на: долю двойникованных зерен (а); плотность дислокаций (б); расстояние между двойниками (в) в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) в сравнении с эквИАтомным ВЭСом

Было показано, что изменение в активности механизмов деформации в сплавах связано с разным значением энергии дефекта упаковки. Энергия дефекта упаковки γ в ГЦК сплавах может быть рассчитана по формуле: $\gamma = 2\rho\Delta G_{ГП-ГЦК} + 2\sigma$, где $\Delta G_{ГП-ГЦК}$ - различие в энергиях Гиббса между гексагональной и гранецентрированной фазами, ρ - количество атомов на m^2 в одном атомном слое, и σ - межфазная энергия между ГП и ГЦК фазами. Поскольку точный расчет значений ЭДУ, как функции химического состава, для высокоэнтропийных сплавов в настоящее время не представляется возможным, рассчитывались значения $\Delta G_{ГП-ГЦК}$ с использованием программного обеспечения Thermo-Calc. Полученные результаты $\Delta G_{ГП-ГЦК}$, равные 0,72 кДж/моль и 0,98 кДж/моль для сплавов CoCrFeMnNi и CoCrFeMnNi(Al,C), соответственно, свидетельствуют о повышении ЭДУ сплава за счет введения алюминия и углерода.

С целью изучения процессов рекристаллизации и контролируемого выделения частиц вторых фаз в сплаве, легированном алюминием и углеродом, после максимальной деформации 80% был проведен отжиг в интервале температур 700-1100°C (рис. 11). Равновесная фазовая диаграмма для сплава CoCrFeMnNi(Al,C), рассчитанная с помощью Thermo-Calc (рис. 11а), показывает возможность выделения карбидов типа $Me_{23}C_6$ при температурах ниже ~1100°C, частиц с

упорядоченной по типу В2 ОЦК решеткой ниже $\sim 900^\circ\text{C}$, а также частиц сигма фазы ниже $\sim 700^\circ\text{C}$.

При температурах отжига $700\text{-}800^\circ\text{C}$ проходит частичная первичная рекристаллизация ГЦК матрицы. Микроструктура сплава представлена деформированными областями и равноосными рекристаллизованными зернами. Доля рекристаллизованного объема увеличивается с ~ 60 до 100% с увеличением температуры отжига от 700 до 900°C . Средний размер рекристаллизованных зерен после отжига при температуре 700°C составляет $2,8$ мкм и постепенно увеличивается до $10,5$ мкм при температуре 1100°C . Кроме того, деформационно-термическая обработка сплава CoCrFeMnNi(Al,C) приводит к выделению в структуре частиц типа Me_{23}C_6 . Химический анализ показал, что карбиды Me_{23}C_6 состоят в основном из Cr (~ 60 ат.%), а также содержат значительное количество Fe и Ni ($\sim 11\text{-}16$ ат.%). При этом установлено, что частицы на основе соединения NiAl с решеткой В2 не формируются.

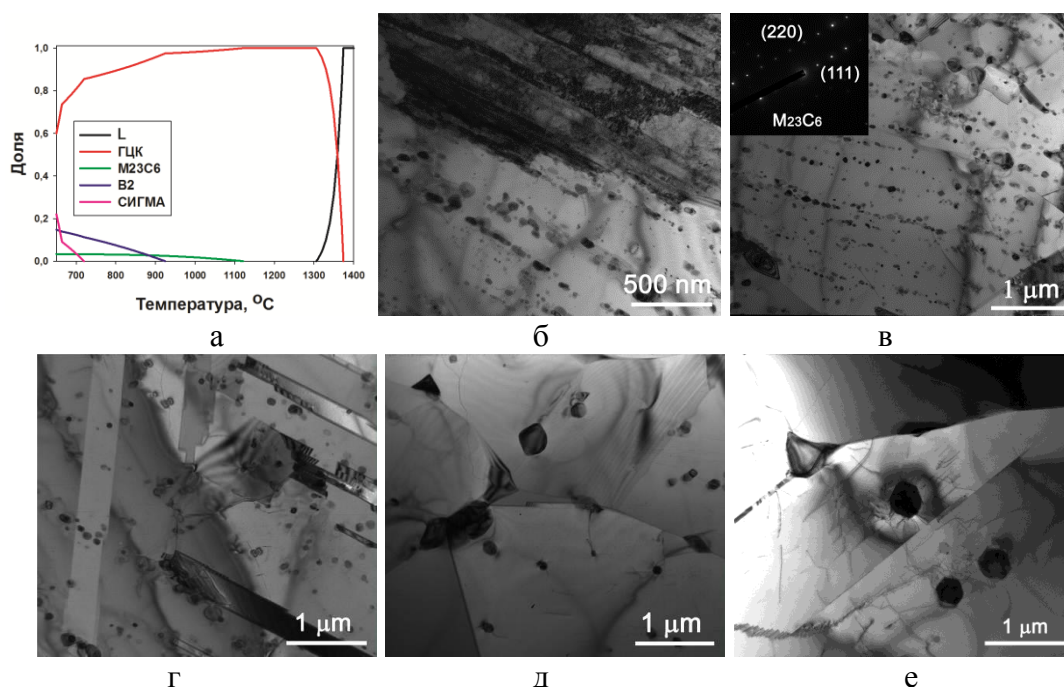


Рисунок 11 – Равновесная диаграмма состояния (а); структура прокатанного на 80% при комнатной температуре сплава CoCrFeMnNi(Al,C) после отжига при температурах: 700°C (б); 800°C (в); 900°C (г); 1000°C (д); 1100°C (е)

Таблица 4 – Параметры микроструктуры сплава CoCrFeMnNi(Al,C) после отжига при температурах $700\text{-}1100^\circ\text{C}$

Температура отжига, $^\circ\text{C}$		700	800	900	1000	1100
Частицы Me_{23}C_6	Доля, %	4,2	4,0	3,1	2,8	1,4
	Размер, нм	35 ± 7	48 ± 17	76 ± 22	157 ± 86	328 ± 105
Рекристаллизованные ГЦК зерна	Доля, %	61	84	100	100	100
	Размер, мкм	$2,8\pm 0,7$	$3,1\pm 1,1$	$4,2\pm 1,8$	$5,1\pm 2,7$	$10,5\pm 3,7$

При низких температурах отжига $700\text{-}900^\circ\text{C}$ (рис. 11 б-г) выделение наночастиц карбидов происходит в виде скоплений, параллельных плоскости прокатки. Расстояние между рядами частиц сопоставимо с поперечным размером (суб)зерен в холоднокатанной микроструктуре. С увеличением температуры отжига с 700 до 1100°C размер частиц увеличивается с 35 нм до 330 нм, а объемная доля

уменьшается с 4,2% до 1,4% (таблица 4), в соответствии с диаграммой состояния; происходит сфероидизация и более однородное распределение частиц в объеме.

Кинетика укрупнения структуры в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) проанализирована в ходе отжига при температуре 900°C. Установлено, что размеры зерен и карбидов связаны со временем отжига показателями коэффициента роста 2 (характерно для чистых металлов) и 3 (механизм объемной диффузии), соответственно. Таким образом, в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) в ходе статической рекристаллизации укрупнение структуры происходит значительно быстрее по сравнению с эквивалентным ВЭСом. Однако расчет тормозящих силы Зинера демонстрируют схожие значения для этих двух сплавов.

В шестой главе рассматривается влияние прокатки и отжига на механические свойства ВЭСов и TWIP стали, а также анализируется природа их упрочнения.

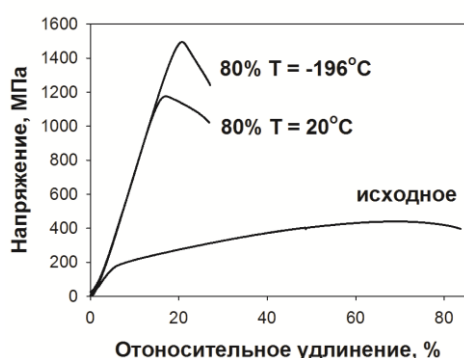


Рисунок 12 – Механические свойства сплава CoCrFeMnNi в исходном состоянии и после прокатки при комнатной и криогенной температурах

Испытания на растяжение показывают, что сплав CoCrFeMnNi (рис. 12) в исходном состоянии обладает низкими в сравнении со сталью (таблица 5) пределами текучести и прочности, равными 140 МПа и 440 МПа, соответственно, при относительном удлинении до разрушения в 70%. Прокатка на максимальную степень деформации 80% приводит к существенному упрочнению сплава и падению пластичности. Пределы текучести образцов, прокатанных при 20°C и -196°C, увеличивается до 1120 МПа и 1300 МПа, соответственно, что заметно ниже, чем значения прочности TWIP стали при тех же условиях.

Таблица 5 – Механические свойства сплава CoCrFeMnNi и TWIP стали в исходном и прокатанном состояниях

Сплав CoCrFeMnNi				TWIP сталь			
Состояние	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Состояние	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Исходное	440	140	70	Исходное	650	230	85
80% T=20°C	1175	1120	14	80% T=20°C	1435	1200	3,3
80% T=-196°C	1495	1300	12	80% T=-196°C	1680	1600	2,1

Тем не менее, формирование наноструктуры со средним размером кристаллитов 20-60 нм в ходе кручения под высоким давлением обеспечивает значительное упрочнение ВЭСа – предел прочности после 2 оборотов КВД составляет более 2000 МПа (таблица 6).

Таблица 6 – Механические свойства сплава CoCrFeMnNi после КВД

Состояние	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
КВД T=20°C N=0,25	981	860	12
КВД T=20°C N=0,5	1197	1134	6
КВД T=20°C N=2	2069	1834	7
КВД T=-196°C N=0,5	1596	1442	10

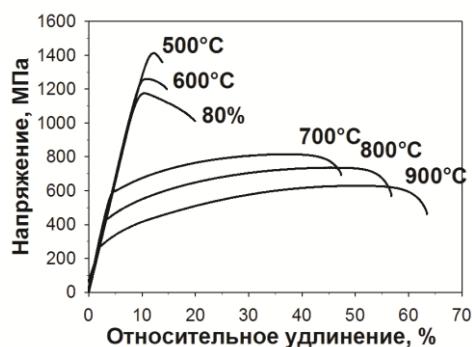


Рисунок 13 – Механические свойства сплава CoCrFeMnNi в ходе отжига при температурах 500-900°C

На рисунке 13 и в таблице 7 показаны кривые напряжения-деформации сплава CoCrFeMnNi прокатанного при комнатной температуре на 80% и отожженного в интервале температур 500-900°C. Показано, что отжиг при 500°C и 600°C приводит к значительному увеличению прочности (пределы прочности 1290 МПа и 1155 МПа соответственно) по сравнению с прокатанным состоянием. Отжиг при более высоких температурах 700-900°C характеризуется уменьшением прочностных характеристик (предел текучести снижается с 585 до 270 МПа) и значительным повышением

относительного удлинения в интервале 43-61%. Для сравнения в таблице 7 также приведены механические свойства TWIP стали после прокатки и отжигов.

Показано, что в ВЭСе деформационно-термической обработкой удается достичь прочностных свойств, сопоставимых со свойствами однофазной TWIP стали. Кроме того, состояния, в которых в структуре присутствуют частицы вторых фаз, показывают более высокие пределы текучести (отжиг 500-800°C).

Таблица 7 – Механические свойства сплава CoCrFeMnNi и TWIP стали после деформационно-термической обработки

Сплав CoCrFeMnNi				TWIP сталь			
Отжиг, °C	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Отжиг, °C	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
500	1410	1290	4	500	1400	1250	7
600	1260	1135	7	600	870	500	59
700	815	585	43	700	830	440	68
800	740	430	53	800	780	330	70
900	630	270	61	900	700	255	79

Механические свойства на растяжение сплава CoCrFeMnNi(Al,C) после деформации и отжигов представлены на рисунке 14 и в таблице 8. Было обнаружено, что предел текучести литого сплава CoCrFeMnNi(Al,C) выше, чем эквивалентного сплава: 210 против 140 МПа вследствие повышения вклада твердорастворного упрочнения. При этом также наблюдается повышение пластичности до $\delta=80\%$. Деформация прокаткой ведет к увеличению прочностных характеристик и уменьшению стадии деформационного упрочнения и пластичности. Например, пределы текучести и прочности сплава после максимальной деформации 80% составляют 1310 и 1500 МПа, соответственно. Следует отметить, что эти значения несколько выше, чем прочность в TWIP стали, а в эквивалентном сплаве CoCrFeMnNi подобных значений удастся достичь деформацией при криогенной температуре.

Отжиг сплава характеризуется значительным разупрочнением по сравнению с прокатанным состоянием (рис. 14б), например, пределы текучести падают до значений 870 МПа и 610 МПа после отжига при температурах 700°C и 800°C. Увеличение температуры отжига ведет к дальнейшему разупрочнению сплава, увеличению пластичности и стадии деформационного упрочнения. При повышении

температуры отжига до 1100°C равномерное удлинение достигает ~50%, тогда как предел прочности составляет 320 МПа.

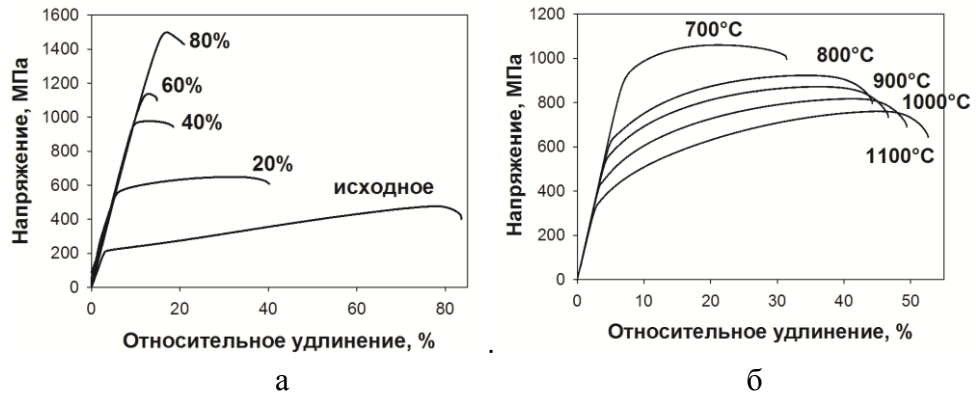


Рисунок 14 – Механические свойства на растяжение сплава CoCrFeMnNi(Al,C) в ходе прокатки при комнатной температуре (а); отжига после максимальной деформации 80% (б)

Таблица 8 – Механические свойства сплава CoCrFeMnNi(Al,C) после деформационно-термической обработки

Прокатка				Отжиг			
Прокатка, %	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Отжиг, °C	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Исходное	475	210	80	700	1060	870	25
20%	650	545	34	800	925	610	38
40%	980	945	7	900	875	530	41
60%	1140	956	5	1000	820	435	44
80%	1500	1310	6	1100	760	320	47

Для анализа механического поведения и установления природы упрочнения ВЭСов после деформационно-термической обработки, заключающейся в прокатке на 80% и отжиге был выполнен количественный анализ вкладов различных механизмов упрочнения в общую прочность. В данном случае общая прочность сплава может быть выражена как:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{\text{деф.}} + \sigma_{\text{Х.-П.}} + \sigma_{\text{дисперс.}} \quad (1)$$

где σ_0 – вклад от напряжения трения решетки и твердорастворного упрочнения;
 $\sigma_{\text{деф.}}$ - прочность холоднокатанного сплава:

$$\sigma_{\text{деф.}} = \sigma_{0,2}(80\%) * (1 - V_{\text{рек.}}); \quad (2)$$

$\sigma_{\text{Х.-П.}}$ - зернограничное упрочнение по механизму Холла-Петча:

$$\sigma_{\text{Х.-П.}} = (K_y d^{-1/2}); \quad (3)$$

$\sigma_{\text{дисперс.}}$ - дисперсионное упрочнение по механизму Орована:

$$\sigma_{\text{дисперс.}} = \left(\frac{0.538Gb f^{1/2}}{d} \right) \ln\left(\frac{d}{2b}\right). \quad (4)$$

где $\sigma_0=125$ МПа, $\sigma_{0,2}(80\%)$ – предел текучести холоднокатаного сплава, $V_{\text{рек.}}$ и D – объемная доля и размер рекристаллизованных зерен, соответственно; $K_y=494$ МПа/мкм^{1/2} – коэффициент Холла-Петча, $G=81$ ГПа – модуль сдвига, $b=2,58 \cdot 10^{-10}$ м – вектор Бюргерса, f и d – доля и размер частиц, соответственно.

Было получено хорошее совпадение расчетных и экспериментальных значений предела текучести для сплавов CoCrFeMnNi и CoCrFeMnNi(Al,C) после деформационно-термической обработки (рис. 15). В эквИАтомном сплаве (рис. 15а)

после отжигов при температурах 500-600°C деформационное упрочнение ($\sigma_{\text{деф.}}$) значительно влияет на общую прочность, однако увеличение предела текучести по сравнению с деформированным состоянием объясняется выделением ОЦК и сигма-фаз ($\sigma_{\text{дисперс.}}$). При увеличении температуры отжига происходит уменьшение как зернограницного, так и дисперсионного упрочнения, причем последнее уменьшается несколько быстрее. Таким образом, несмотря на выделение дисперсных упрочняющих частиц вторых фаз, наибольший прирост прочности в сплаве CoCrFeMnNi достигается за счет зернограницного упрочнения ($\sigma_{\text{Х.-П.}}$).

Аналогично эквивалентному сплаву, в легированном сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) измельчение зерна в целом обеспечивает наибольший вклад в прочность (рис 15б). Тем не менее, после отжига при относительно низких температурах (700-900°C) мелкодисперсные карбиды вызывают значительное дисперсионное упрочнение, сопоставимое с зернограницным. В целом, прочность легированного сплава на ~250 МПа выше, чем в эквивалентном сплаве при аналогичных температурах за счет более высокого дисперсионного упрочнения.

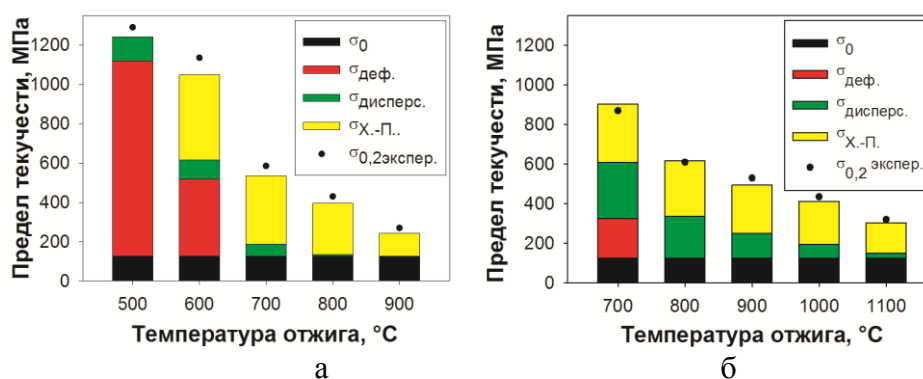


Рисунок 15 – Вклады различных механизмов упрочнения в общую прочность сплава CoCrFeMnNi (а); сплава CoCrFeMnNi(Al,C) (б) после деформационно-термической обработки

Таким образом, проведенное исследование влияния деформационно-термической обработки и легирования на структуру и свойства сплава системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni в сравнении с аустенитной TWIP сталью показывает, что наиболее эффективным режимом обработки является холодная прокатка до степени 80% и отжиг при температуре 700°C, который обеспечивает существенный прирост прочности при сохранении приемлемой пластичности в сплаве, легированном алюминием и углеродом (рис. 16).

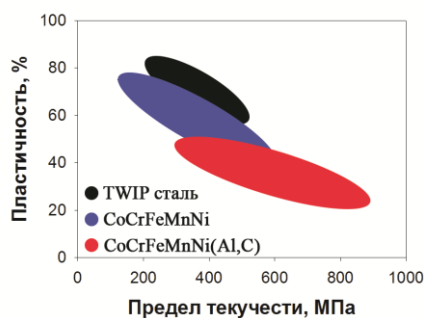


Рисунок 16 – Механические характеристики сплавов после деформационно-термической обработки

Высокие механические свойства сплава CoCrFeMnNi(Al,C): предел прочности - 1060 МПа, предел текучести - 870 МПа и пластичность 25% обеспечиваются за счет формирования частично рекристаллизованной структуры со средним размером зерен 2,8 мкм и выделения плоских скоплений частиц карбидов Me_{23}C_6 размером 35 нм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Эволюция микроструктуры в ВЭСе CoCrFeMnNi и TWIP стали $\text{Fe-0,3C-23Mn-1,5Al}$ в процессе деформации при комнатной температуре связана с единичным двойникованием и развитием дислокационного скольжения ($\varepsilon=5-20\%$), интенсивным деформационным двойникованием ($\varepsilon=20-60\%$) и формированием полос сдвига ($\varepsilon=60-80\%$). Понижение температуры деформации до криогенной интенсифицирует двойникование при малых степенях деформации, а в TWIP стали также приводит к образованию ε -мартенсита.

2. Прокатка эквиатомного сплава CoCrFeMnNi до степени деформации 80% при комнатной и криогенной температурах ведет к увеличению предела текучести со 140 МПа в исходном состоянии до 1120 и 1300 МПа, соответственно; однако прочность ВЭСа на 80-300 МПа ниже по сравнению с деформированной TWIP сталью. Повышение прочности сплавов обеспечивается измельчением структуры в результате деформационного двойникования (расстояние между двойниками составляет ~ 70 нм и ~ 50 нм при $T=20^\circ\text{C}$ и $T=-196^\circ\text{C}$, соответственно) и высокой плотностью дислокаций.

3. Последеформационный отжиг ВЭСа CoCrFeMnNi в интервале температур $500-800^\circ\text{C}$ приводит к выделению частиц вторых фаз, обогащенных Cr: частиц с ОЦК решеткой в интервале температур $500-700^\circ\text{C}$ и частиц сигма фазы при температурах $600-800^\circ\text{C}$. Укрупнение ГЦК зерен и частиц сигма фазы в ходе статической рекристаллизации контролируется зернограничной диффузией. Выделение частиц вторых фаз в эквиатомном ВЭСе обеспечивает механические свойства, сопоставимые со свойствами однофазной TWIP стали после отжига при аналогичных температурах.

4. Легирование сплава CoCrFeMnNi алюминием и углеродом повышает энергию дефекта упаковки однофазного ГЦК сплава, затрудняя развитие двойникования на начальных этапах прокатки. Деформация при комнатной температуре до степени 80% формирует в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) ламельную структуру, состоящую из двойникованных и субзеренных областей с поперечным размером ~ 90 нм. Деформированный сплав CoCrFeMnNi(Al,C) демонстрирует более высокие прочностные характеристики по сравнению с эквиатомным ВЭСом вследствие большего вклада твердорастворного упрочнения в общую прочность.

5. Отжиг сплава CoCrFeMnNi(Al,C) после максимальной деформации 80% в интервале температур $700-1100^\circ\text{C}$ приводит к рекристаллизации ГЦК матрицы и формированию плоских скоплений наноразмерных карбидов типа Me_{23}C_6 , выделяющихся параллельно плоскости прокатки. Увеличение температуры отжига ведет к укрупнению и более гомогенному распределению частиц второй фазы.

6. В ВЭСах системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni после деформационно-термической обработки наибольший прирост в прочности достигается за счет измельчения зерна. Однако в сплаве CoCrFeMnNi(Al,C) после отжига при относительно низких температурах $700-900^\circ\text{C}$ выделяющиеся карбиды обеспечивают дисперсионное упрочнение, сопоставимое с зернограничным.

7. Деформационно-термическая обработка сплава CoCrFeMnNi(Al,C) , заключающаяся в холодной прокатке до степени деформации 80% и отжиге при температуре 700°C , обеспечивает сочетание высокой прочности ($\sigma_{0,2}=870$ МПа и $\sigma_b=1060$ МПа) и хорошей пластичности ($\delta=25\%$).

Основные публикации по теме диссертационной работы

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК:

1. Klimova M. Twinning induced nanostructure formation during cryo-deformation / M. Klimova, G. Dyakonov, S. Zherebtsov, G. Salishchev, D. Molodov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Vol. 63(1), 012157; 0,5 п.л. / 0,15 п.л.; Scopus, Web of Science.
2. Klimova M. Effect of cryo-deformation on structure and properties of CoCrFeNiMn high-entropy alloy / N. Stepanov, M. Tikhonovsky, N. Yurchenko, D. Zyabkin, M. Klimova, S. Zherebtsov, A. Efimov, G. Salishchev // Intermetallics. – 2015. – Vol. 59, P. 8 – 17; 0,625 п.л. / 0,1875 п.л.; Scopus, Web of Science.
3. Klimova M. Microstructure refinement in the CoCrFeNiMn high entropy alloy under plastic straining / N. Stepanov, D. Shaysultanov, N. Yurchenko, M. Klimova, S. Zherebtsov, G. Salishchev // Materials Science Forum. – 2017. – Vol. 879, – P. 1853 – 1858; 0,375 п.л. / 0,075 п.л.; Scopus.
4. Klimova M. Microstructure and texture evolution of a high manganese TWIP steel during cryo-rolling / M. Klimova, S. Zherebtsov, N. Stepanov, G. Salishchev, C. Haase, D.A. Molodov // Materials Characterization. – 2017. – Vol. 132, – P. 20 – 30; 0,6875 п.л. / 0,20625 п.л.; Scopus, Web of Science.
5. Klimova M. Microstructure and mechanical properties evolution of the Al, C-containing CoCrFeNiMn-type high-entropy alloy during cold rolling / M. Klimova, N. Stepanov, D. Shaysultanov, R. Chernichenko, N. Yurchenko, V. Sanin, S. Zherebtsov // Materials. – 2017. – Vol. 11(1), – 53; 0,875 п.л. / 0,30625 п.л.; Scopus, Web of Science.
6. Klimova M. Evolution of microstructure and mechanical properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy during high-pressure torsion at room and cryogenic temperatures / S. Zherebtsov, N. Stepanov, Y. Ivanisenko, D. Shaysultanov, N. Yurchenko, M. Klimova, G. Salishchev // Metals. – 2018. – Vol. 8(2), – 123; 0,8125 п.л. / 0,325 п.л.; Scopus, Web of Science
7. Klimova M.V. Recrystallized microstructures and mechanical properties of a C-containing CoCrFeNiMn-type high-entropy alloy / M.V. Klimova, D.G. Shaysultanov, R.S. Chernichenko, V.N. Sanin, N.D. Stepanov, S.V. Zherebtsov, A.N. Belyakov // Materials Science and Engineering A. – 2019. – Vol. 740–741, – P. 201–210; 0,625 п.л. / 0,25 п.л.; Scopus, Web of Science.

Другие публикации:

- 8 Klimova M. Twinning induced nanostructure formation during cryo-deformation / S. Zherebtsov, M. Klimova, G. Dyakonov, G.A. Salishchev // Book of Abstracts «NanoSPD 2014», 2014. – P. 309; 0,0625 п.л. / 0,0375 п.л.
- 9 Климова М.В. Влияние отжига на формирование ультрамелкозернистой структуры в TWIP стали после прокатки при криогенной температуре / М.В. Климова // Сб. научных трудов XV Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов-молодых ученых, 8-12 декабря 2014 г., г. Екатеринбург, Россия: Изд-во УрФУ, 2014. – С. 150–152; 0,1875 п.л. / 0,1875 п.л.
- 10 Климова М.В. Эволюция структуры титана и TWIP стали в ходе отжига после прокатки при криогенной температуре / Климова М.В., Озеров М.С., Жеребцов С.В., Салищев Г.А. // Сб. мат. VI Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», 10-13 ноября 2015 г., г. Москва, Россия: Изд-во ИМЕТ РАН, 2015. – С.288–289; 0,125 п.л. / 0,0375 п.л.
- 11 Klimova M.V. Formation of ultrafine-grained structure in TWIP steel during cryo rolling and annealing / M.V. Klimova, S.V. Zherebtsov, G.A. Salishchev, D.A. Molodov // Материалы 15 Международной конференции по межзеренным и межфазным границам в материалах (iib 2016), 23-27 мая 2016, г. Москва, Россия: Изд-во ПЦК Альтекс, Москва, 2016. – С.130; 0,0625 п.л. / 0,0375 п.л.
- 12 Klimova M. The effect of annealing on microstructure and mechanical properties of the cold-rolled CoCrFeNiMn high entropy alloy / M. Klimova, N. Stepanov, D. Shaysultanov, S. Zherebtsov, G. Salishchev // Abstracts «ICSAM 2018», 2018. – P. 46; 0,0625 п.л. / 0,0375 п.л.
- 13 Климова М.В. Деформационно-термическая обработка высокоэнтропийных сплавов / С.В. Жеребцов, Н.Д. Степанов, М.В. Климова, Г.А. Салищев // Сб. трудов IX-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ 2018), 24-26 апреля 2018 г., г. Москва, Россия: Изд-во ООО «Студио-Принт», 2018. – С. 31; 0,0625 п.л. / 0,0375 п.л.
- 14 Климова М.В. Структура и механические свойства TWIP стали в ходе прокатки и отжига / М.В. Климова // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2018. – Т.23. – №123, – С. 404-407; 0,25 п.л. / 0,25 п.л.