

ОТЗЫВ

официального оппонента Илларионова Анатолия Геннадьевича на диссертационную работу Климовой Маргариты Викторовны «Влияние деформационно-термической обработки на структуру и механические свойства высокоэнтропийных сплавов системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C)», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертации. Работа рассматривает вопросы взаимосвязи формируемой при деформационной и последующей термической обработке структуры и комплекса механических свойств в новом классе материалов – высокоэнтропийных сплавах (ВЭСов) системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni(Al,C) с целью получения в них высокого комплекса свойств, что является актуальной задачей для металловедения ВЭСов как с научной, так и практической точек зрения.

Структура и основное содержание работы. Диссертационная работа Климовой М.В., изложенная на 151 страницах машинописного текста, состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы, включающего 177 источников.

Во **введении** обоснована актуальность темы исследования, степень ее разработанности, сформулированы цели и задачи работы, представлены ее научная новизна, теоретическая и практическая значимость, методология и методы диссертационного исследования, положения и результаты, выносимые на защиту, проведена оценка степени достоверности результатов, приведен перечень конференций и семинаров, где работа апробирована и доложена, указан вклад автора в работу и количество опубликованных статей в журналах, входящих в перечень ВАК, и тезисов в трудах конференций.

Первая глава «Обзор литературы» освещает современное состояние научных исследований по тематике диссертационной работы. Рассмотрены вопросы, связанные с феноменологией и термодинамикой ВЭСов, их структурой и механическими свойствами, включая сплавы на основе 3-d переходных металлов и отдельно сплавы системы Co-Cr-Fe-Mn-Ni. Дана характеристика сталей класса TWIP, исходя из их химического состава и механических свойств. В заключении главы приведена постановка задач диссертационного исследования. В целом, глава дает достаточное представление о направлениях работы и накопленных на настоящий момент данных по рассматриваемой проблеме.

Во **второй главе** «Материалы и методы исследования» приведены химические составы ВЭСов и TWIP стали, исследуемых в работе, представлены методы получения и режимы проведения деформационной (прокаткой и кручением под давлением) и термической обработки, а также используемые в диссертации методики термодинамического моделирования, анализа структуры (растровая и просвечивающая электронная микроскопия,

рентгеноструктурный анализ) стандартных механических испытаний на растяжение и определение микротвердости. Описание сплавов, методик их получения и режимов обработки, а так методов исследования, которые использованы в экспериментальных разделах диссертации, отражено в главе достаточно полно.

В **третьей главе** «Эволюция микроструктуры TWIP стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в ходе деформации и отжига» проведена аттестация структуры исследуемой стали в исходном гомогенизированном состоянии, ее трансформация в процессе прокатки при комнатной, криогенной температурах и в ходе последующего отжига. Показано, что структурные изменения при прокатке со степенями до 80% связаны с развитием процесса механического двойникования, а затем и формированием полос сдвига в аустенитной матрице стали. Снижение температуры прокатки ниже комнатной ускоряет протекание процесса двойникования, а также способствует развитию мартенситного $\gamma \rightarrow \epsilon$ -превращения. Обнаружено, что при температурах отжига выше 500°C в стали, деформированной на максимальную степень 80%, получают развитие процессы рекристаллизации, которые начинаются при более низких температурах отжига после криогенной прокатки, способствуя формированию более мелкозернистой рекристаллизованной структуры.

Достоинством представленных в главе результатов является то, что детально изучено структурное состояние стали после различных режимов деформационной и термической обработки. Это дало наглядную картину трансформации структуры стали при варьировании температуры деформации и последующего отжига. В тоже время результаты анализа в главе могли выглядеть полнее, если бы был проведен анализ формирования текстурного состояния при деформации и отжиге, что позволяет использованный в главе в качестве одного из основных метод дифракции обратно-рассеянных электронов.

В **четвертой главе** «Закономерности формирования структуры высокоэнтропийного сплава CoCrFeMnNi в ходе деформационно-термической обработки» рассмотрено изменение исходной структуры ВЭСа в ходе прокатки при комнатной и криогенных температурах, последующем изохронном и изотермическом отжиге, а также при кручении сплава под высоким давлением. В ходе проделанной работы с использованием методов электронной микроскопии выявлены основные механизмы деформации (двойникование, скольжение, полосы сдвига), играющие определяющую роль в формировании структуры ВЭСа CoCrFeMnNi при различных степенях деформации в ходе прокатки, и указано на более интенсивное развитие двойникования на ранних стадиях деформации при понижении температуры прокатки с комнатной до криогенной. Обнаружено, что при изохронном отжиге деформированного ВЭСа CoCrFeMnNi в интервале 500-900°C получают развитие как процессы рекристаллизации при 600-900°C, так и распада ГЦК матрицы с выделением различного типа вторых фаз – на основе

хрома – при 500-700°C и сигма-фазы при 600-800°C. Проведен анализ изменения параметров зеренной структуры и частиц в зависимости от температуры отжига. Получены интересные и наглядные результаты о взаимосвязи развития процессов рекристаллизации в ВЭСе CoCrFeMnNi и кинетике изменения параметров выделяющихся частиц вторых фаз в ходе изотермического отжига при 600°C с использованием модели Зинера. Дан анализ измельчения структуры ВЭСа CoCrFeMnNi вплоть до наноструктурного состояния при кручении под высоким давлением при комнатной температуре.

Полученные в главе результаты дают хорошее представление о влиянии температуры прокатки, вида отжига и интенсивной пластической деформации кручением под давлением на формирование структуры и фазового состава ВЭСа CoCrFeMnNi.

В **пятой главе** «Влияние легирования алюминием и углеродом на структуру, механизмы деформации и фазовый состав высокоэнтропийного сплава Co-Cr-Fe-Mn-Ni» рассмотрена эволюция исходной структуры сплава CoCrFeMnNi(AlC) в ходе прокатки при комнатной температуре и последующем изохронном и изотермическом отжигах, а также проведена оценка энергии дефекта упаковки (ЭДУ) сплава. В ходе исследования расчетным путем установлено, что дополнительное легирование ВЭСа CoCrFeMnNi алюминием и углеродом приводит к увеличению ЭДУ сплава и это оказывает существенное влияние на эволюцию структуры в процессе прокатки, способствуя усилению вклада дислокационного скольжения. Показано, что изохронный отжиг в интервале 700-1100°C обеспечивает как развитие процессов рекристаллизации, так и выделение наноразмерных карбидов типа $Me_{23}C_6$ в ГЦК – матрице и имеется определенная связь между этими процессами. Изучена кинетика роста рекристаллизованного зерна и ее связь с укрупнением карбидов в ходе изотермического отжига при 900°C. Комплексное, хорошо иллюстрированное исследование.

В **шестой главе** «Механические свойства сплавов после деформационно-термической обработки» представлены данные по влиянию температуры и степени деформации, режимов отжига на механические свойства при растяжении и микроиндентировании исследованных ВЭСов и TWIP-стали. Проведено сравнение комплекса свойств ВЭСа CoCrFeMnNi и TWIP-стали после прокатки при комнатной и криогенной температурах. Обнаружено значительное упрочнение ВЭСа CoCrFeMnNi (свыше 2000 МПа) в ходе кручения под высоким давлением за счет формирования наноструктурного состояния. Показана возможность дополнительного упрочнения ВЭСа в деформированном состоянии после отжига при 500°C, 1 час за счет выделения дисперсных частиц на основе хрома и сигма-фазы. Установлено, что легирование алюминием и углеродом сплава CoCrFeMnNi способствует увеличению предела текучести сплава и пластичности в исходном состоянии, а также уменьшению стадии деформационного упрочнения в холоднокатаном состоянии и более активному последующему разупрочнению

при повышении температуры отжига в интервале 700-1100°C. Осуществлен анализ вклада различных механизмов в упрочнение исследованных сплавов в различном состоянии.

Достаточно подробное исследование с полным и наглядным представлением полученных экспериментальных и расчетных данных.

В заключении приведены основные выводы по диссертационной работе.

В целом, полученные в диссертации Климовой М.В. экспериментальные и теоретические результаты по взаимосвязи структуры и свойств в высокоэнтропийных сплавах системы CoCrFeMnNi(AlC) позволяют говорить об их значимости как в научном, так и практическом аспекте.

Научная новизна результатов диссертационной работы

Диссертационная работа Климовой М.В. вносит определенный вклад в развитие современных научных представлений о формировании структуры и свойств в перспективном классе материалов, к которым относятся высокоэнтропийные сплавы, а именно:

- в ВЭСе CoCrFeMnNi, прокатанном при комнатной температуре на 80%, при последующем отжиге обнаружено образование обогащенных хромом частиц с ОЦК-решеткой после отжига в температурном интервале 500-700°C и частиц сигма – фазы – при температурах отжига 600-800°C, которое способствовало после отжига при температурах 500-600°C увеличению прочности сплава по сравнению с исходным деформированным состоянием;
- показано, что легирование 0,7 ат.% углерода и 3,4 ат.% алюминия повышает энергию дефекта упаковки матричной ГЦК-решетки сплава CoCrFeMnNi и тем самым способствует замедлению развития процесса двойникования на начальных этапах деформации;
- установлено, что рост зерен в аустенитной матрице деформированного ВЭСа CoCrFeMnNi при статической рекристаллизации контролируется частицами сигма-фазы, укрупнение которых определяется зернограничной диффузией.

Практическая значимость полученных результатов, на мой взгляд, состоит в следующем:

- показана возможность использования высокоэнтропийных сплавов системы CoCrFeMnNi(AlC) для изготовления деталей, требующих значительных степеней холодной пластической деформации и имеющих в термообработанном состоянии более высокие прочностные характеристики по сравнению с TWIP-сталью;
- разработан для сплава системы CoCrFeMnNi(AlC) режим деформационно-термической обработки, включающий холодную прокатку со степенью до 80%, последующую термообработку при 700°C и позволяющий реализовать хорошее сочетание прочности ($\sigma_{0,2}=870^\circ\text{C}$, $\sigma_B=1060^\circ\text{C}$) с пластичностью ($\delta=25\%$), что подтверждено полученным на режим обработки ноу-хау.

Полученные результаты работы соответствуют поставленным целям и задачам, их **достоверность** подтверждается комплексным подходом к проведению исследований с применением нескольких взаимно дополняющих методик.

По диссертационной работе имеются следующие вопросы и замечания:

1. В литературном обзоре (глава 1) все рисунки взяты из зарубежных источников, а в этом случае желателен перевод основных приведенных понятий на русский язык.
2. В главе 2 в таблице 2.1. на стр. 46 диссертации при описании химических составов исследуемых ВЭСов приведено содержание только основных легирующих элементов. Возник вопрос – определялось ли в ВЭСах содержание примесей, которые могут играть существенную роль в твердо-растворном упрочнении?
3. В главе 3 на рисунке 3.6.б (стр. 60 диссертации) не приведена расшифровка электронограммы с двойником, на рисунке 3.7в (стр. 61 диссертации) не указано в каком рефлексе снято темное поле.
4. На рисунке 4.2. в (стр. 67 диссертации) в верхнем правом углу приведена прямая полюсная фигура (ППФ), но по тексту диссертации на нее нет ссылки. Какие заключения можно сделать по приведенной ППФ?
5. По какому признаку в структуре разделяли частицы разной природы (σ -фазу и фазу с ОЦК решеткой) при подсчете их объемной доли и размеров, указанных в таблицах 4.2. и 4.4. в диссертации?
6. В начале главы 5 (стр. 96 диссертации) говорится о формировании текстуры в литом сплаве CoCrFeMnNi(AlC). Вопрос: о текстуре какого типа идет речь и с какими направлениями в слитке она связана?
7. Чем вызвана замена значений σ_0 , K_y , G при расчете вкладов в упрочнение в сплаве CoCrFeMnNi(AlC) после термомеханической обработки (глава 6, стр. 130 диссертации) по сравнению с аналогичным расчетом после деформационной обработки (глава 6, стр. 128 диссертации)?

Вышеуказанные вопросы и замечания не снижают общий высокий уровень диссертационной работы. Диссертация представляет собой законченную работу, в рамках которой проведено большое количество комплексных экспериментальных исследований и дано их научное обоснование.

Диссертация соответствует отрасли технических наук, а именно пунктам 2 - «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях» и 3 - «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры (типа, количества и характера распределения дефектов кристаллического строения) на физические, химические,

