

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
технологический университет «МИСИС»

Рогачев Станислав Олегович

СТРУКТУРНЫЕ ФАКТОРЫ И СПОСОБЫ УПРАВЛЕНИЯ
ПРОЧНОСТЬЮ И ПЛАСТИЧНОСТЬЮ СПЛАВОВ
В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ ТЕМПЕРАТУР

Специальность – 2.6.1
«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант:
д.т.н., профессор С.А. Никулин

Москва – 2023

Общая характеристика работы

Актуальность проблемы. Современное развитие науки и техники требует создания многофункциональных металлических материалов. Одним из основных требований к ним является высокая прочность и запас пластичности, которые должны сохраняться в широком диапазоне температур.

Основным способом достижения высокой прочности металлических материалов с различной структурой является холодная пластическая деформация, сопровождающаяся повышением сопротивления материала по мере увеличения степени деформации, т.е. деформационным упрочнением (явление деформационного наклепа), которое сохраняется и после деформации.

Практическая возможность деформационного упрочнения сталей и сплавов с использованием традиционных методов холодной деформационной обработки ограничена. Во-первых, степень деформации при холодной обработке давлением лимитирована возможным разрушением материала в процессе деформации, поэтому при наклепе происходит в основном повышение предела текучести, в то время как предел прочности часто повышается слабее или остается неизменным. Это ограничивает величину упрочнения и прочность. Во-вторых, наклеп приводит к резкому снижению пластичности. В-третьих, наклеп частично или полностью снимается при нагреве до определенных температур.

Проблема повышения прочности металлических материалов при сохранении пластичности до настоящего времени однозначно не решена. Поэтому определение механизмов и выявление структурных факторов, влияющих на прочность и пластичность, а также способов управления структурой, позволяющих обеспечить значительное упрочнение без потери пластичности, остается актуальной проблемой современного металловедения и технологии материалов. Сложность ее решения связана с многообразием используемых конструкционных и инструментальных материалов, и отсутствием единых подходов к разработке способов упрочнения и управления пластичностью сплавов.

Актуальной является задача сохранения прочности и пластичности при нагреве сплавов. Это особенно важно для высокопрочных ультрамелкозернистых материалов, которые являются термически неустойчивыми. Несмотря на то, что известны некоторые способы

сохранения прочности при нагреве упрочненных сплавов, изменение при этом пластичности мало изучено.

Не менее актуальной является задача повышения высокотемпературной прочности сплавов. Применяемые для этого способы в основном направлены не на повышение высокотемпературной прочности конкретного сплава, а на его замену сплавом с более тугоплавким металлом основы. В то же время проблема сохранения высокотемпературной прочности сталей не решена.

В настоящей работе на основе результатов комплексных исследований механизмов и кинетики процессов упрочнения сталей и различных сплавов (медных, алюминиевых, циркониевых, ванадиевых) в широком диапазоне условий нагружения и температур деформации анализируются новые возможности управления балансом прочности и пластичности, разработаны научно-технологические подходы к созданию особых структурно-фазовых состояний, обеспечивающих такой баланс в различных сплавах. Результаты работы развивают направление создания металлических материалов методами пластической деформации и дизайна неравновесных структур.

Этим решались задачи разработки способов упрочнения при правке листовых материалов на основе меди, получения полуфабрикатов и отработке технологии создания изделий медицинского назначения из Zr–Nb сплавов, создания новых композиционных материалов на основе меди и алюминия для электротехники, разработки схем и режимов упрочняющей деформационно-термической обработки новых сталей для горячего прессования (сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации – РАПЭ).

Актуальность исследований подтверждается необходимостью выявления причин потери пластичности при упрочнении в процессе производства изделий из медных, алюминиевых, циркониевых сплавов и композиционных материалов на их основе, а также структурных механизмов повышения высокотемпературной прочности экономнолегированных инструментальных сталей.

Решение этих задач предусмотрено Государственным заданием, проектами ГК Росатом, Федеральными целевыми программами и соответствует актуальным научно-техническим направлениям развития РФ.

Цель и задачи работы.

Целью работы является изучение механизмов упрочнения и сохранения пластичности при деформации, выявление структурных факторов, контролирующих эти процессы, разработка структур с высокой прочностью

и пластичностью, обеспечивающих деформационное упрочнение и структурную аккомодацию (релаксацию напряжений), и способов их получения в сплавах разных классов для управления прочностью и пластичностью сплавов в широком диапазоне температур.

Основные задачи:

1 Выявление и анализ механизмов упрочнения и структурной аккомодации сплавов при пластической деформации;

2 Определение элементов структуры, обеспечивающих процессы аккомодации в сплавах различных классов;

3 Определение путей и способов получения структурно-фазового состояния (структурного дизайна) сплавов, обеспечивающих повышение прочности и сохранение их пластичности после малых и больших степеней пластической деформации;

4 Разработка способов повышения термической устойчивости упрочненного состояния сплавов и их высокотемпературной прочности.

Научная новизна.

1 Выявлены основные структурные механизмы и факторы обеспечения баланса высокой прочности и пластичности при холодной и горячей деформации и предложен общий подход для его достижения в различных сплавах путем создания структур, обеспечивающих упрочнение и достижение высокой прочности, структурную аккомодацию (релаксацию напряжений) при деформации, сохранение пластичности, термоустойчивость и высокотемпературную прочность сплавов.

2 Разработаны применимые к сплавам разных типов способы управления прочностью и пластичностью через их структуру: выявление причин низкой пластичности сплавов, улучшение их аккомодационной способности за счет выбора химического состава сплава или изменения исходной структуры, изменения схем и режимов деформационно-термической и термической обработки с использованием традиционных методов обработки давлением и методов больших пластических деформаций.

3 Определены структурные факторы упрочнения и структурной аккомодации в тонких полосах меди и медно-цинковых сплавов при деформации знакопеременным изгибом: в полосе технически чистой меди толщиной до 3 мм за счет создания градиентной структуры с упрочненной ячеистой дислокационной структурой в поверхностных слоях и вязкой сердцевинной и рассеяния кристаллографической текстуры; для латуни Л63

за счет создания структуры с двойниковыми границами во всем объеме полосы.

4 Для двухкомпонентных сплавов систем Al–Ce, Al–La и Al–Ni и многокомпонентных сплавов типа Al–Ca–Fe–Mn впервые показано, что многократное (в 4–6 раз) увеличение прочности с сохранением высокой пластичности (5–20 %) и повышенная термическая устойчивость достигаются при создании композитной эвтектической структуры с отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего компонента и обработки методами больших пластических деформаций за счет формирования нано- и субмикроструктурной структуры с малой плотностью внутрикристаллических дефектов и измельчения или распада эвтектических частиц.

5 Установлены закономерности структурообразования и выявлены структурные факторы упрочнения циркониевых сплавов при больших пластических деформациях методами кручения под высоким давлением, равноканального углового прессования и ротационнойковки. В сплаве Э125 прочность до 900 МПа и относительное удлинение до 5 % достигается за счет формирования структуры с 10–30 % ω -Zr-фазы при сохранении размера зерна в субмикронном диапазоне (100–300 нм). В сплаве Э125 без ω -Zr-фазы прочность до 820 МПа и пластичность до 30 % обеспечиваются формированием бимодальной ультрамелкозернистой структуры.

6 Впервые установлены закономерности структурообразования и выявлены структурные факторы управления балансом прочности и пластичности новых композиционных материалов «оболочка/стержень» на основе меди и алюминиевых сплавов Д16 или Al–La, полученных ротационнойковкой.

7 Методом кручения под высоким давлением созданы новые высокопрочные композиционные материалы на основе коррозионностойкой стали и ванадиевого сплава с ультратонкой мультислоистой структурой, обладающие высокой термической стабильностью упрочненного состояния до температуры 700 °С.

8 Для штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) экспериментально продемонстрирована склонность металла к накоплению дислокаций, а не к их аннигиляции при высокотемпературной деформации. Показано, что эффективное упрочнение и сохранение высокотемпературной прочности достигается легированием, обеспечивающим стабилизацию переохлажденного аустенита и создание в

нем неравновесного состояния в условиях высоких температур, условия для выделения упрочняющих фаз и повышения плотности дислокаций при высокотемпературной деформации. Впервые выявлены механизмы и структурные факторы, обеспечивающие сохранение горячего упрочнения в сталях с РАПЭ, и проведена количественная оценка их отдельного вклада в общее горячее упрочнение.

Практическая значимость.

Предложенный общий подход к достижению баланса прочности и пластичности, и способы управления пластичностью через структуру сплавов реализованы при создании состояний с высокой прочностью и пластичностью в сплавах разных классов и новых технологий получения изделий из них:

1 Способ одновременной правки полуфабриката и его упрочнения за счет знакопеременной деформации изгибом освоен в производственных условиях ИМЕТ РАН и рекомендован для использования в существующих и перспективных технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов (в рамках Госзадания).

2 Разработана технология получения длинномерных прутков из биоинертного сплава $Zr-2,5\% Nb$ методом ротационной ковки, обеспечивающая получение комплекса механических свойств, удовлетворяющего требованиям к конструкционному материалу для изготовления медицинских имплантатов, которая использована на предприятии ООО «ЗД-КОМПОНЕНТ» (г. Волгодонск) при производстве конструкционных элементов стоматологических имплантатов.

3 Предложены схемы и режимы деформационно-термической обработки стали с РАПЭ для управления степенью горячего упрочнения в интервале температур 450–800 °С и повышения ресурса штампового инструмента при рабочих температурах до 800 °С.

5 Созданы новые композиционные материалы на основе меди и алюминиевых сплавов систем $Al-Cu-Mg$ и $Al-La$ и определены режимы их деформационной и термической обработки, обеспечивающие достижение заданного баланса прочности и пластичности. В производственных условиях ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» получены высокопрочные и термоустойчивые композиционные проводники «медь/алюминиевый сплав $Al-10\% La$ » (электропроводность выше 70 % IACS) в виде проволоки диаметром 0,75–0,5 мм для применения в электротехнике.

6 Результаты изучения механического поведения углеродистых и малолегированных сталей при температурах до 1200 °С использованы для обоснования безопасности корпуса и конструктивных элементов устройства локализации расплава российских атомных реакторов ВВЭР нового поколения.

7 Разработанные материалы, методы и технологические режимы защищены 3-я патентами РФ и 7-ю ноу-хау.

Достоверность. Результаты получены на широком спектре металлических материалов (с различным химическим составом, кристаллической решеткой, структурно-фазовым состоянием) с использованием современных методов исследований, испытаний и техники эксперимента, с большим объемом структурных исследований и механических испытаний, с необходимым для получения достоверных данных количеством измерений и применением специального программного обеспечения для обработки результатов.

Вклад соискателя. Личный вклад автора диссертационной работы состоит в формулировании концепции работы, анализе состояния вопроса по теме работы и постановке задач, составлении плана проведения лабораторных исследований и испытаний, в получении, обработке, анализе и обобщении результатов, формулировании выводов.

Материалы для исследований предоставлены: алюминиевые сплавы – Наумовой Е.А., сталь с РАПЭ – Кругляковым А.А., одним из создателей нового класса высокопрочных сталей для горячего прессования.

Апробация работы. Основные результаты работы обсуждались на Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов» (г. Москва, 2019 г), Международном симпозиуме "Перспективные материалы и технологии" (г. Брест, 2019 г), Третьей Международной Школе Молодых Ученых «Актуальные проблемы современного материаловедения» (г. Тольятти, 2019 г), VIII-й Международной конференции с элементами научной школы для молодежи "Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества" (г. Суздаль, 2020 г.), XI-й Международной конференции "Фазовые превращения и прочность кристаллов ФППК-2020" (г. Черноголовка, 2020 г.), X-й Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2020/2021" (г. Москва, 2021 г.), LXIII-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности АПП-2021» (г. Тольятти, 2021 г.), Международной

научно-технической конференции «Инновационные технологии, оборудование и материалы машиностроительного производства» (г. Москва, 2022 г.), IX-й Международной конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (г. Суздаль, 2022 г.), XI-й Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2023 (г. Москва, 2023 г.), XI-й Международной школе «Физическое материаловедение» (г. Тольятти, 2023 г.).

Публикации. Основные результаты работы опубликованы в 60 статьях в рецензируемых отечественных и зарубежных научных журналах, в т.ч. в 20 статьях в журналах из перечня ВАК и в 40 статьях в журналах, входящих в базы Scopus/Web of Science.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов и списка литературы из 335 наименований. Работа изложена на 240 страницах, содержит 15 таблиц и 75 рисунков.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Глава 1. Механизмы аккомодации и способы достижения высокой прочности и пластичности в сплавах

Основной механизм деформационного упрочнения заключается в накоплении в структуре металла высокой плотности дислокаций, что увеличивает напряжение, необходимое для перемещения отдельных дислокаций. Это с одной стороны приводит к упрочнению – повышает предел текучести металла, с другой – снижает пластичность, уменьшая длину свободного пробега дислокаций и ограничивая величину пластической деформации. Поэтому обычно повышение прочности приводит к потере пластичности. В то же время одновременное повышение прочности и пластичности материала возможно за счет создания особого структурно-фазового и субструктурного состояния (структурного дизайна), обеспечивающего процессы аккомодации (релаксации напряжений) при нагружении, что не противоречит теориям физики прочности [1].

В общем случае максимальная пластичность при устойчивом пластическом течении металла достигается при $e_p = n$ (где e_p – истинная равномерная деформация, n – показатель степени деформационного упрочнения), когда локализация деформации происходит из-за геометрического разупрочнения. Преждевременная потеря устойчивости пластического течения (локализация деформации в шейке) может наступить из-за образования микротрещин, что приводит к пониженной пластичности $e_p \ll n$ [2]. В этом случае в материале существует резерв повышения

пластичности за счет совершенствования структуры и создания условий для реализации механизмов структурной аккомодации и подавления раннего трещинообразования – торможения образования шейки. Таким образом, поставленная задача упрочнения материала без потери пластичности сводится к необходимости формирования в процессе деформации структуры металла, способной к аккомодации (релаксации напряжений) при деформации.

Основные механизмы повышения прочности хорошо известны и заключаются в создании барьеров движению дислокаций: это повышение прочности твердого раствора за счет состава сплавов; деформационное упрочнение за счет повышения плотности дислокаций, дисперсионное упрочнение, упрочнение границами зерен и др. Их действие обеспечивается структурой металла. В то же время механизмы структурной аккомодации, подавляющие вызванное упрочнением понижение пластичности на момент начала работы были мало изучены, а способы создания таких структур редко использовались на практике.

Механизмы структурной аккомодации (релаксации) заключаются в снижении концентрации напряжений в структуре и увеличении пути пробега дислокаций. При этом во время нагружения подавляется зарождение микротрещин и предотвращается преждевременное разрушение. Универсальными механизмами повышения, как пластичности, так и прочности являются двойникование и генерация геометрически необходимых дислокаций из-за механической несовместимости деформации, что обеспечивает деформационное упрочнение при продолжении пластического течения [3, 4]. Ряд других механизмов релаксации остается дискуссионным. Наиболее часто их связывают с процессами аннигиляции дислокаций, например, за счет рекристаллизации. Однако в ультрамелкозернистых материалах с размером зерна 10–20 нм и меньше, напротив, аннигиляция дислокаций на границах зерен приводит к отсутствию деформационного упрочнения и как следствие к быстрой локализации деформации, т.е. потере пластичности. Поэтому для повышения пластичности таких материалов рекомендуют повышать плотность дислокаций внутри кристаллитов [4]. В то же время на практике размер зерна в ультрамелкозернистых материалах обычно в несколько раз больше, поэтому для повышения пластичности в ряде случаев необходимо уменьшать, а не увеличивать плотность дислокаций внутри кристаллитов. Другим механизмом релаксации в ультрамелкозернистых материалах может

выступать, например, сверхпластическая деформация, включая зернограничное скольжение и миграцию границ зерен.

Проведенный анализ механизмов релаксации в различных сплавах с разной структурой, полученной разными методами, позволил определить основные общие структурные факторы повышения пластичности при холодной деформации: повышение однородности микро- и макроструктуры, либо напротив, создание градиентной или бимодальной структуры; неоднородное распределение дислокаций в структуре, например, на границах ультрамелких кристаллитов, сформированных по механизму динамической рекристаллизации; формирование двойниковых и нанодвойниковых границ; ослабление кристаллографической текстуры или напротив создание благоприятной для деформации текстуры и некоторые другие. Вклад того или иного из рассмотренных механизмов и структурных факторов в разных сплавах определяется самим материалом, способом его деформационной обработки и достигнутой степенью деформации.

Практическая реализация рассмотренного подхода для достижения баланса высокой прочности и пластичности в металле потребовала комплексного исследования влияния химического состава, схем и режимов деформационной и деформационно-термической обработки не только на механизмы и кинетику процессов упрочнения, но и аккомодации для сталей и сплавов разных типов. Такое исследование сплавов разных классов с различным химическим составом, кристаллической решеткой, с разным структурно-фазовым состоянием позволило выявить структурные факторы управления пластичностью для обеспечения баланса прочности и пластичности сплавов различного назначения.

Глава 2. Структурные факторы и способы достижения высокой прочности и пластичности при малых степенях пластической деформации

В большинстве технологических процессов с использованием традиционных методов холодной обработки давлением предельная степень деформации относительно невелика (обычно 5–40 %), что связано, с разрушением материала при больших степенях деформации.

Структурные превращения в металле при деформации при одинаковых условиях (температура, скорость и др.) зависят как от степени деформации, так и от схемы деформирования (нагружения). Снижение пластичности (относительного удлинения) наиболее явно выражено после монотонной деформации – растяжением, прокаткой и т.д.

Переход от монотонной схемы деформирования к немонотонной положительно влияет на пластичность. Одной из простых схем немонотонного деформирования, легко реализуемой на практике, является знакопеременный изгиб. Так в чистой меди, в отличие от одноосной деформации растяжением, вызывающей наряду с повышением условного предела текучести существенное снижение относительного удлинения (рис. 1), знакопеременная деформация (на прецизионной роликоправильной машине ARKU 25/21) за один проход увеличивает условный предел текучести медной полосы в толщине 3–1 мм в 1,5–4,0 раза при сохранении высокого значения относительного удлинения 50–30 % (рис. 2). Повышение прочности медной полосы связано с упрочнением ее поверхностных слоев за счет формирования в них ячеистой дислокационной структуры (рис. 3), а сохранение высокой пластичности обеспечивается градиентной структурой: упрочненными поверхностными слоями и неупрочненной средней (по толщине) части полосы, а также рассеянием кристаллографической текстуры. Чем сильнее разупрочнен исходный материал, тем больше эффект повышения прочности от знакопеременной деформации. С уменьшением толщины полосы эффект сохранения пластичности уменьшается.

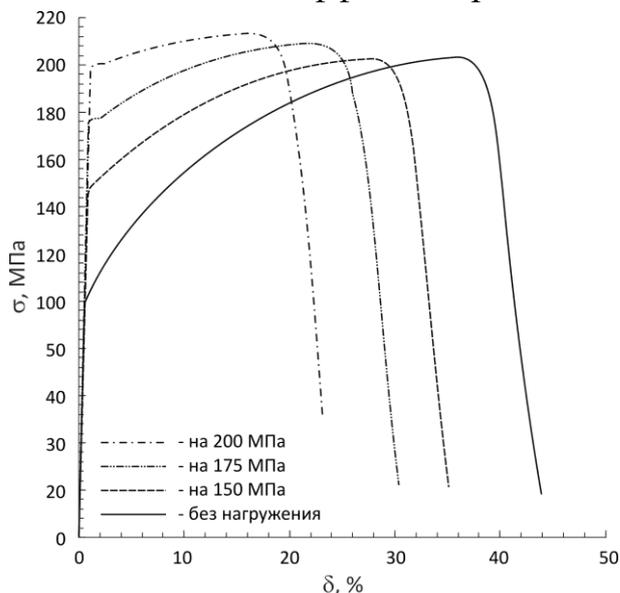


Рис. 1. Кривые растяжения медных образцов до и после предварительного нагружения до разных уровней напряжения

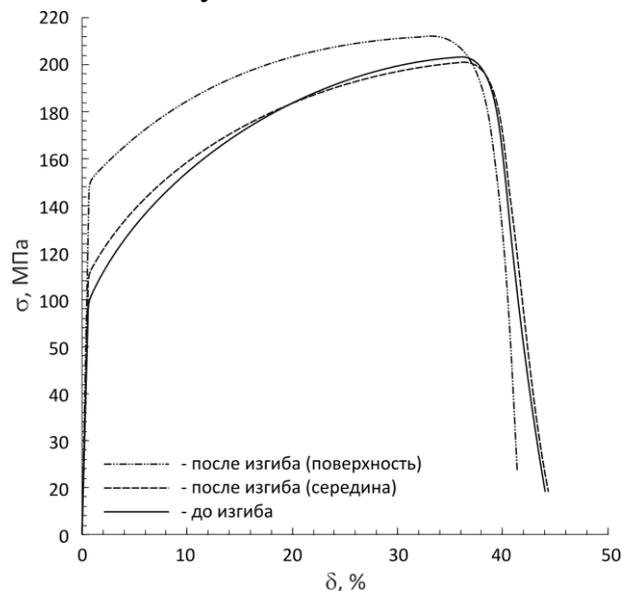


Рис. 2. Кривые растяжения медных образцов до и после знакопеременного изгиба (для полосы толщиной 3 мм)

Аналогичная знакопеременная деформация полосы латуни марки Л63 (63 % Cu / 37 % Zn) толщиной 3 мм не приводит к образованию градиентной структуры (плотность дислокаций повысилась во всем объеме полосы, см. рис. 4а), при этом усиливается текстура. Такие структурные изменения вызывают наряду с повышением предела текучести заметное снижение относительного удлинения (в 1,3 раза). Решением проблемы повышения

пластичности явилось создание, напротив, избыточной плотности дислокаций в структуре исходной (до знакопеременной деформации) полосы из латуни за счет снижения температуры предварительного отжига с 750 до 650 °С, что изменяет механизм структурообразования при знакопеременном изгибе и измельчает зерно во всем объеме полосы за счет образования многочисленных двойниковых границ (рис. 4б). Такая структура обеспечивает не только повышение предела текучести в 1,6 раз и более высокий уровень прочности по сравнению с отжигом при 750 °С, но и сохранение высокого относительного удлинения (около 50 %).

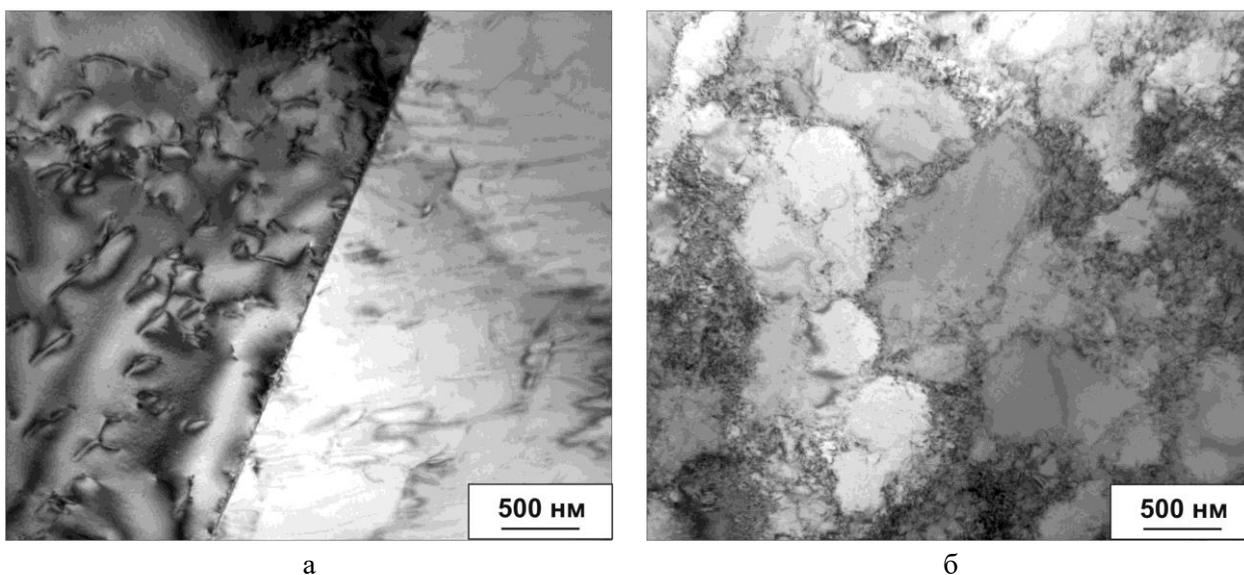
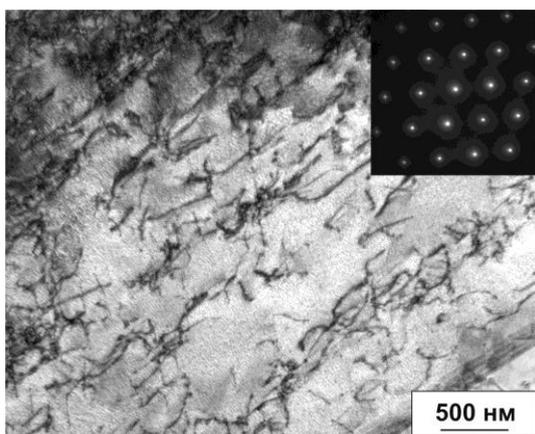


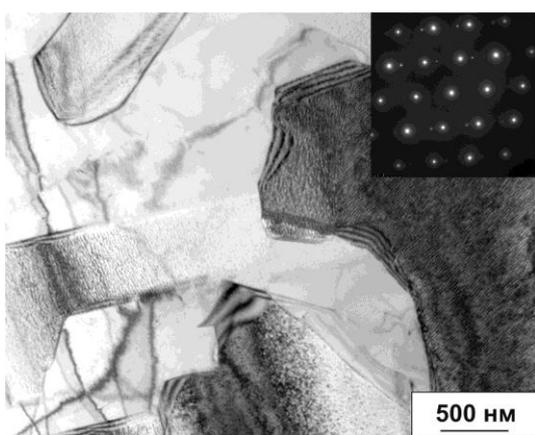
Рис. 3. Тонкая структура медных образцов (а) до и (б) после знакопеременного изгиба

Предложенный способ упрочнения сплавов знакопеременной деформацией изгибом освоен в производственных условиях ИМЕТ РАН и рекомендован для использования в существующих и перспективных технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов.

Учитывая универсальность рассмотренных механизмов релаксации, безусловно, актуальным является поиск альтернативных недеформационных способов изменения структуры в объеме сплава, обеспечивающих многократное упрочнение с сохранением высокой пластичности. Установлено, что высокотемпературное (1000–1100 °С) азотирование достаточно тонкой (до 1 мм) полосы коррозионностойкой хромистой стали типа 08X17T обеспечивает ее сквозное насыщение азотом, а последующий отпуск в диапазоне температур 550–700 °С – равномерное упрочнение и многократное повышение предела прочности до 1000–1400 МПа при сохранении относительного удлинения 5–16 % за счет создания во всем объеме полосы композитной структуры «азотистый феррит + нитриды



а



б

Рис. 4. Тонкая структура латуни Л63 после знакопеременного изгиба для разных температур предварительного отжига: (а) 750 °С; (б) 650 °С

хрома» (пластичность обеспечивается невысоким содержанием азота в α -Fe). Такое изменение механических свойств связано с преобладанием либо твердорастворного, либо дисперсионного упрочнения: наличием мартенсита в структуре стали при низких температурах отпуска (550 °С) и выделением частиц нитридов Cr_2N различной дисперсности с одновременным снижением концентрации азота в твердом растворе при повышении температуры отпуска (575 °С и выше). Наибольшее повышение предела прочности и текучести (в 1,8–2,5 раза) объемно-азотированной стали 08X17T при удовлетворительной пластичности (относительное удлинение не ниже 10 %) обеспечивает отпуск в интервале температур 600–700 °С. Подобное поведение при азотировании наблюдали и для стали марки 15X25T с

более высоким содержанием хрома. Важно отметить, что для упрочнения хромистых сталей рассмотренным способом не требуется использования сложного оборудования и подготовки специальной газовой смеси: процесс азотирования проводится в среде чистого азота под небольшим избыточным давлением с использованием обычных печей, позволяющих проводить обработку в вакууме или газовой среде, а время сквозного насыщения азотом полосы из стали 08X17T толщиной 0,5 мм составляет всего 60 мин. Кроме этого, такой способ можно использовать для обработки уже готовых стальных изделий. Способ защищен патентом РФ.

В экспериментальных хромистых сталях X20Ф5 и X20ФЦ с термически более стабильными нитридами за счет дополнительного легирования ванадием или комплексно (V + Zr), соответственно, при азотировании формируются структуры, обладающие меньшей аккомодационной способностью по сравнению со сталями 08X17T и 15X25T. Это значительно уменьшает их прочность и пластичность после объемного азотирования.

Причина этого заключается в изменении кинетики насыщения азотом сталей X20Ф5 и X20ФЦ и увеличении объемной доли азота, вошедшего в металл при азотировании, что приводит к пересыщению азотом ферритной матрицы, ее сильному охрупчиванию и как следствие раннему трещинообразованию при деформации. При этом выделение нитридов ванадия/циркония при азотировании не приводит к дополнительному упрочнению: в первом случае из-за большого размера нитридов ванадия, во втором – из-за малой объемной доли нитридов циркония. Для повышения прочности и улучшения аккомодационной способности структуры в таких сталях требуется уменьшение содержания ванадия и увеличение содержания циркония и оптимизация режимов азотирования с целью уменьшения содержания азота в твердом растворе и получения оптимальной объемной доли (5–10 %), размеров (20–200 нм) и морфологии (близкой к сферической) частиц нитридов.

Увеличение прочности в 2–3 раза с сохранением высокой пластичности за счет высокотемпературного азотирования достигнуто и на аустенитных хромоникелевых сталях типа 12X18Н12 (в т.ч. титансодержащих), причем их более высокая пластичность после азотирования (относительное удлинение 20–30 %) обеспечивается за счет формирования градиентной структуры (упрочненный азот-содержащий поверхностный слой и вязкая сердцевина) и двойниковых границ.

Таким образом, за счет создания исходной дислокационной структуры металла и за счет выбора схемы деформирования, обеспечивающей немонокотонность деформации, можно эффективно управлять «противоположными» свойствами с использованием традиционных методов обработки давлением: повышать предел текучести при сохранении высокой пластичности за счет реализации механизмов (процессов) структурной аккомодации. Независимо от рассмотренных способов формирования структур в сплавах – деформационного или химико-термического, в них действуют одни и те же факторы, понижающие аккомодационную способность и вызывающие раннее трещинообразование (высокая плотность дислокаций в объеме образца, скопления дислокаций и прочие концентраторы напряжений, наличие пересыщенного твердого раствора внедрения). Для повышения аккомодационной способности структур требуется формировать двойниковые границы, создавать градиентные структуры, ослаблять кристаллографическую текстуру. Наличие частиц

вторых фаз в структуре является полезным механизмом дисперсионного упрочнения, но может ухудшить аккомодационную способность структуры.

Глава 3. Структурные факторы и способы достижения высокой прочности и пластичности при больших степенях пластической деформации

Наибольшего повышения прочности металла можно достичь за счет увеличения степени пластической деформации, т.е. перехода в область больших пластических деформаций [5, 6]. Известно, что за счет использования методов больших пластических деформаций можно получать ультрамелкозернистую структуру в чистых металлах и сплавах и переводить их в особое, в т.ч. неравновесное фазовое состояние, что приводит к значительному (иногда многократному) повышению прочности. На практике сверхбольшие степени деформации ряда материалов достижимы даже с использованием традиционных схем обработки давлением, например, волочением или экструзией. Так получают высокопрочные наноструктурированные проводники *in situ* на основе медной матрицы и ОЦК/ГЦК металлических волокон (Fe, Nb, Cr, V, Ag) с прочностью свыше 1000 МПа. В основном для достижения сверхвысоких степеней деформации в металле без его разрушения используют специальные схемы деформирования: кручение под высоким давлением (КВД), равноканальное угловое прессование, ротационную ковку и др. Нерешенной проблемой остается крайне низкая пластичность ультрамелкозернистых материалов, вплоть до ее отсутствия на макроуровне.

В ряде случаев за счет больших пластических деформаций некоторых материалов удавалось достичь одновременного многократного повышения прочности и пластичности, так называемый «парадокс прочности и пластичности» [7]. Сохранение пластичности при сверхвысоком упрочнении достижимо за счет уже рассмотренных выше механизмов структурной аккомодации. Механизмы аккомодации в ультрамелкозернистых (и особенно нанокристаллических) материалах обычно отличаются от таковых для структур, полученных холодной деформацией с относительно небольшими степенями.

В то же время для больших пластических деформаций, как и для малых пластических деформаций, до сих пор не существует общий подход к созданию структур, обеспечивающих процессы аккомодации.

Для достижения высокой прочности и пластичности сплавов, обработанных методами больших пластических деформаций, также как и в

случае малых степеней деформаций, необходимо учитывать различие структурных механизмов деформации и разрушения для металлов разных классов, в первую очередь с разным типом кристаллической решетки. Так в ультрамелкозернистых ГЦК-сплавах на основе алюминия снижение пластичности наиболее часто наблюдалось в высоколегированных сплавах, предварительно обработанных на твердый раствор [6, 8]. Причиной снижения пластичности чаще всего являлась очень высокая накопленная плотность дислокаций во всем объеме образца и малая доля динамически рекристаллизованных зерен, что приводило к быстрой локализации пластической деформации практически в отсутствие деформационного упрочнения и разрушению образца при его растяжении. Более высокую пластичность получали на чистых металлах, но в этом случае не достигалась требуемая высокая прочность.

В настоящей работе исследование структурных механизмов, позволяющих достичь многократного упрочнения при сохранении высокой пластичности, и определение способов их реализации при обработке методами больших пластических деформаций, проведено на алюминиевых, циркониевых сплавах и композиционных материалах.

Показано, что в алюминиевых сплавах для создания структурного состояния, обеспечивающего процессы аккомодации (релаксации) при деформировании и позволяющего обеспечить одновременное многократное повышение прочности с сохранением высокой пластичности, необходимо использовать сплавы типа естественных композитов с ограниченной растворимостью в матрице эвтектикообразующего элемента. В них структурообразование в процессе больших пластических деформаций проходит в основном по механизму динамической рекристаллизации с формированием ультрамелких кристаллитов свободных от дефектов, обеспечивающих зернограничное упрочнение и возможность релаксации, а эвтектические частицы измельчаются и обеспечивают дополнительное упрочнение по механизму Орована. В двухфазных алюминиевых сплавах эвтектического состава систем Al–Ce, Al–La и Al–Ni показано, что формирование нано- и субмикроструктурной структуры с низкой плотностью внутрикристаллических дефектов и измельчение эвтектических частиц ($Al_{11}Ce_3$, $Al_{11}La_3$ и Al_3Ni , соответственно) до нано уровня (в результате обработки кручением под высоким давлением на 5 оборотов) (рис. 5), обеспечивает одновременное многократное (в 4–6 раз) повышение прочности при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение

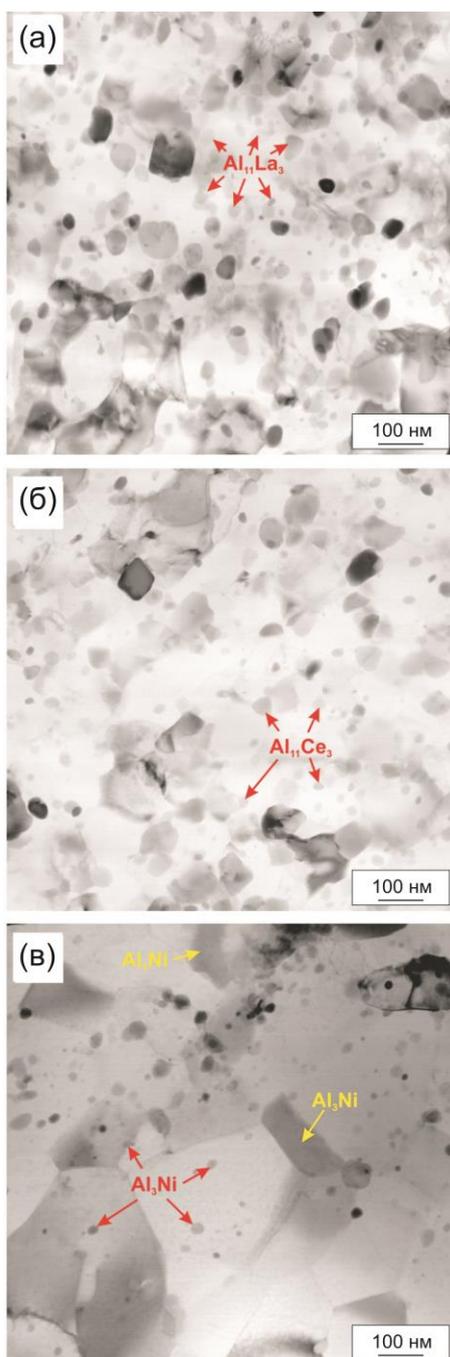


Рис. 5. Микроструктура
алюминиевых сплавов после КВД:
(а) – Al–10 % La; (б) – Al–10% Ce;
(в) – Al–6 % Ni

(нанокластеры) и обогащению кальцием твердого раствора (Al). В этом случае процесс трансформации частиц оказывает большой эффект на измельчение микроструктуры, в результате чего формируется бимодальная нанокристаллическая структура твердого раствора алюминия (рис. 7). Эффективное зернограничное упрочнение обеспечивает максимальный уровень прочности до 800 МПа сплава, а свободное от дефектов тело кристаллитов и несовместимость деформации из-за бимодальной структуры

5–20 %) (рис. 6). Здесь определяющее влияние на структурообразование и механическое поведение упрочненных сплавов оказывает тип эвтектических частиц и их кристаллографическое соотношение с матрицей. Это позволяет выбирать системы легирования и создавать наиболее предпочтительные эвтектические структуры в алюминиевых и других сплавах (в т.ч. с другой кристаллической решеткой), способные к упрочнению при сохранении пластичности после больших пластических деформаций.

В тоже время в сплаве эвтектического состава Al–Ca обработка кручением под высоким давлением вызывает сильное охрупчивание из-за очень высокой объемной доли эвтектических частиц в структуре, которая в 2 раза больше, чем в сплавах Al–Ce и Al–La. Дополнительное легирование сплава системы Al–Ca железом и марганцем в количестве около 1 % каждого при одновременном снижении содержания кальция до 3–4 % и уменьшении числа оборотов кручения под высоким давлением при 3 оборотах приводит к последовательному измельчению эвтектических частиц Al_4Ca / $Al_{10}CaFe_2$ до наноуровня с последующей трансформацией большинства из них в сегрегации кальция

обеспечивают высокую пластичность (относительное удлинение 5–10 %). Кроме этого структурная аккомодация изменяет форму кривой растяжения на участке локализованной деформации и позволяет такому сплаву деформироваться квазиустойчиво до относительно высокой величины относительного удлинения (рис. 8). Таким образом, управление пластичностью высокопрочных ультрамелкозернистых сплавов за счет структурной аккомодации возможно не только на участке равномерной деформации (до образования шейки), но и на участке локализованной пластической деформации. Увеличение числа оборотов КВД ухудшает структуру сплава и вызывает образование трещин. Последующий после кручения отжиг (200 °С) позволяет дополнительно повысить прочность сплава до 900 МПа как результат выделения наноразмерных частиц фазы $Al_6(Fe, Mn)$, однако относительное удлинение в этом случае немного снижается из-за уменьшения пути свободного пробега дислокаций. Таким образом, выявлен механизм аккомодации и предложен способ достижения баланса высокой прочности и пластичности в металле: формирование в исходной структуре чистого или слаболегированного металла вторых фаз, склонных к измельчению или превращению в сегрегации при деформационной обработке.

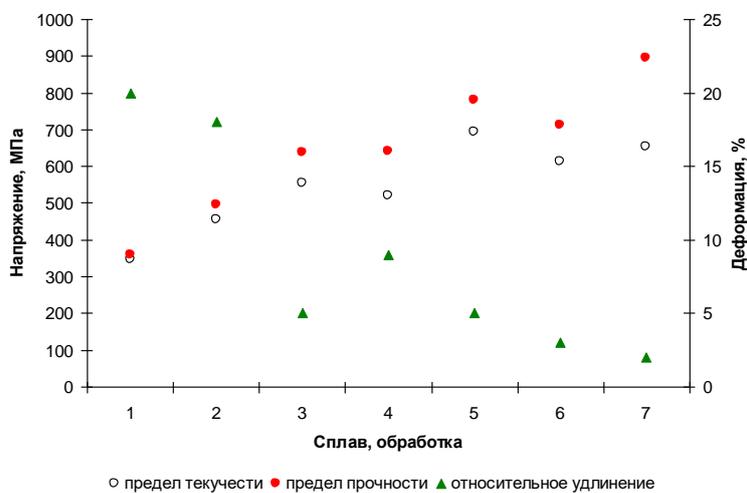


Рис. 6. Механические свойства эвтектических алюминиевых сплавов после больших пластических деформаций: 1 – Al–10%La, КВД; 2 – Al–10%Ce, КВД; 3 – Al–6%Ni, КВД; 4 – Al–4%Ca–0,8%Mn–0,5%Fe, КВД; 5 – Al–4%Ca–0,8%Mn–1,3%Fe, КВД; 6 – Al–4%Ca–0,8%Mn–0,5%Fe, КВД + отжиг при 200 °С; 7 – Al–4%Ca–0,8%Mn–1,3%Fe, КВД + отжиг при 200 °С

(около 400 °С). Меньший уровень прочности связан с тем, что структурные изменения при равноканальном угловом прессовании в этом сплаве при

В сплаве Al–Ca–Mn–Fe повышение прочности с сохранением или увеличением пластичности возможно и за счет других методов больших пластических деформаций, например равноканальным угловым прессованием. Однако в этом случае эффект упрочнения проявляется слабее, а сам процесс деформационной обработки необходимо проводить при повышенных температурах

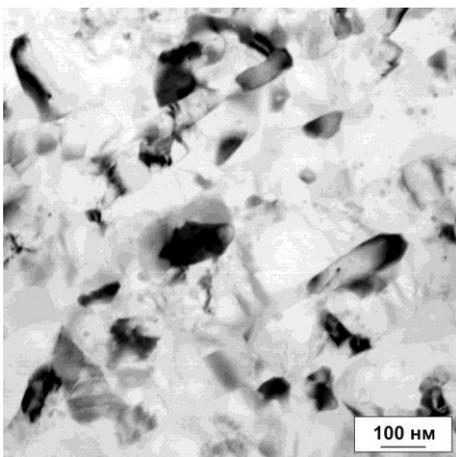


Рис. 7. Микроструктура сплава Al-4 % Ca-0,8 % Mn-0,5 % Fe после КВД

выбранном режиме ограничиваются перестройкой дислокационной структуры и в лучшем случае формированием малоугловых границ, вместо формирования ультрамелкозернистой структуры при кручении под высоким давлением. С понижением температуры равноканального углового прессования до 200 °С можно достичь большего эффекта упрочнения (который, тем не менее, будет ниже, чем после применения кручения под высоким давлением) из-за формирования более

развитой ультрамелкозернистой структуры. Однако из-за образования скоплений дислокаций и других концентраторов напряжений, ухудшается аккомодационная способность и снижается пластичность образцов.

В ГПУ-сплавах на основе циркония и титана одним из механизмов достижения высокой прочности является фазовое превращение, инициированное высоким давлением и сдвиговой деформацией. Так в циркониевом сплаве Zr-2,5%Nb (Э125) фазовое превращения $\alpha\text{-Zr} \rightarrow \omega\text{-Zr}$ происходит в процессе кручения под высоким давлением при давлении около 2 ГПа, причем наиболее полно при температурах от комнатной до 200 °С (при более высоких температурах количество ω -фазы в структуре сплава сильно уменьшается, а при температуре 400 °С составляет всего около 5 %). Наличие твердой, но хрупкой ω -фазы высокого давления вносит основной вклад в упрочнение. Однако при этом сплав полностью теряет запас пластичности, и при нагружении образец хрупко разрушается в области предела упругости. Формирование структуры с небольшим количеством $\omega\text{-Zr}$ -фазы (10–30 %) и размером зерна в субмикронном диапазоне (100–300 нм) за счет деформационной обработки кручением под высоким давлением и последующим отжигом в определенных температурных диапазонах

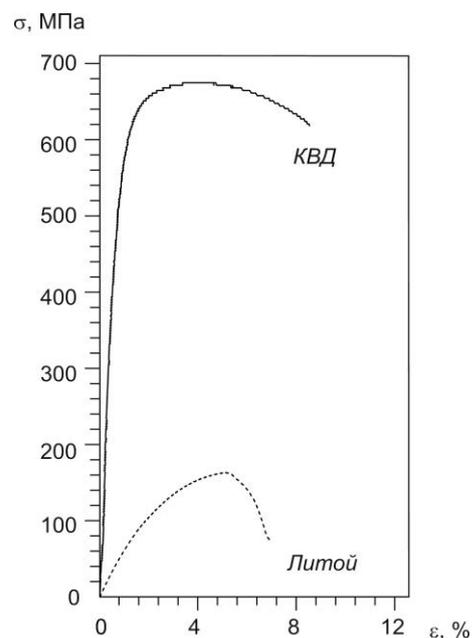


Рис. 8. Кривые растяжения сплава Al-4 % Ca-0,8 % Mn-0,5 % Fe до и после КВД

обеспечивает в сплаве Э125 состояние с максимальной прочностью 900 МПа и удовлетворительной пластичностью (относительное удлинение 5 %).

В отличие от кручения под высоким давлением обработка Zr–Nb сплавов равноканальным угловым прессованием или ротационной ковкой не приводит к α -Zr $\rightarrow\omega$ -Zr превращению, а в отсутствие ω -фазы Zr–Nb сплавы ограничено упрочняются. Так после равноканального углового прессования предел прочности сплава Э125 повышается не более чем в 2 раза, при этом материал сохраняет удовлетворительную пластичность (около 10 %). В отсутствие ω -фазы механизмом повышения прочности Zr–Nb сплавов является измельчение зеренной структуры до субмикронных размеров и накопление высокой плотности дислокаций в структуре. Однако высокая плотность дислокаций в структуре циркониевого сплава приводит к раннему трещинообразованию при нагружении, поэтому равномерная деформация Zr–Nb сплавов после равноканального углового прессования очень мала (не более 2 %); сосредоточенное удлинение связано с протяженной областью локализованной деформации, которая обеспечивается бимодальной ультрамелкозернистой структурой. Более высокая пластичность сплава Э125 (равномерное относительное удлинение около 5 %, полное – до 30 %) при такой же прочности (около 800 МПа) достигается ротационной ковкой за счет создания аналогичной структуры, но благоприятной ориентировки кристаллитов. Полученные результаты позволили рекомендовать сплав Э125 в упрочненном ротационной ковкой состоянии как биоинертный материал для производства стоматологических имплантатов. Технология изготовления конструктивных элементов имплантатов из полученных ротационной ковкой полуфабрикатов реализована в производственных условиях предприятия ООО «ЗД-КОМПОНЕНТ».

В композиционных материалах, полученных с использованием методов больших пластических деформаций, достижение баланса высокой прочности и пластичности является более сложной задачей из-за их изначально неоднородной структуры. Методом холодной ротационнойковки созданы длинномерные (1000–3000 мм) медно-алюминиевые композиционные образцы (оболочка из меди, стержень из алюминиевого сплава) диаметрами 5–2,5 мм: «медь/алюминиевый сплав Д16», «медь/сталь/алюминиевый сплав Д16» и «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La». Показано, что высокие степени сдвиговой деформации, достигаемые при обжатии заготовки, приводят к измельчению зерна в медной оболочке и алюминиевом сплаве до нано- и субмикронного уровня, измельчению и более равномерному

распределению частиц вторых фаз в объеме алюминиевого сплава. После ротационнойковки прочность композиционных образцов в 2–3 раза выше прочности их компонентов. Относительное удлинение при этом многократно снижается. Требуемый баланс прочности и пластичности достигается отжигом композиционных образцов в диапазоне температур 180–300 °С послековки, который приводит к снижению плотности дислокаций и росту зерна. На оборудовании ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» получены высокопрочные и термостойкие композиционные проводники «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La» (электропроводность свыше 70 % IACS) в виде проволоки диаметром 0,75–0,5 мм для применения в электротехнике.

Таким образом, одновременное многократное повышение прочности и сохранение запаса пластичности сплавов путем реализации механизмов аккомодации и релаксации напряжений достигается созданием особых структурно-фазовых состояний за счет выбора химического состава, режимов деформационной (деформационно-термической) и термической обработки сплавов с использованием методов больших пластических деформаций. Первый подход – это получение нано- и субмикроструктурной структуры чистого металла (или низколегированного раствора) с низкой плотностью внутрикристаллических дефектов, содержащей либо наноразмерные интерметаллидные частицы, либо сегрегации. Это обеспечивается созданием эвтектики с отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего элемента с ее последующей обработкой кручением под высоким давлением, реализуется на ГЦК-металлах на основе алюминия и потенциально применимо к иным сплавам, например, на основе ОЦК-решетки. Второй подход – это получение субмикроструктурной бимодальной структуры с высокой плотностью дислокаций, но благоприятной ориентировкой кристаллитов, что обеспечивается режимом деформационно-термической обработки с использованием методов ротационнойковки и реализуется на ГПУ-сплавах циркония; дополнительное присутствие в субмикроструктурной структуре циркониевого сплава малой доли твердой ω -фазы высокого давления обеспечивает максимальную прочность и запас пластичности.

Глава 4. Структурные факторы и способы повышения термической устойчивости упрочненного состояния

Сохранение высокопрочного состояния при нагреве сплавов после обработки холодной деформацией ограничено разупрочнением за счет

аннигиляции дислокаций и процессов статической рекристаллизации. В ультрамелкозернистых сплавах, полученных большой пластической деформацией, при нагреве происходит переход структуры в более равновесное состояние, а рост зерна и последующее разупрочнение начинается при еще более низких температурах, чем в крупнозернистом состоянии материала. Поэтому общий подход к созданию деформационных структур, обеспечивающих наряду с высокой прочностью возможность аккомодации, должен включать способы стабилизации (сохранения) таких структур после нагрева до высоких температур.

Существуют известные способы повышения термической устойчивости упрочненного состояния (легирование для замедления диффузионных процессов, создание пересыщенного раствора с последующим дисперсионным старением при нагреве и др.), и исследования в этом направлении широко ведутся. Однако эффективность таких способов в основном оценивается по изменению микротвердости сплавов после нагрева, в то время как вопрос сохранения при этом пластичности остается малоизученным.

Проведенные в настоящей работе исследования показали, что термически стабильная высокопрочная ультрамелкозернистая структура, способная к аккомодации, полностью или частично сохраняет аккомодационную способность и после нагрева (отжига). Сплавы систем Al–Ce, Al–La и Al–Ni, упрочненные кручением под высоким давлением (см. гл. 3), обладают повышенной термической стабильностью (до 150 °C) по сравнению с чистым алюминием благодаря наличию в структуре многочисленных мелких частиц эвтектических фаз, сдерживающих рост зерна при нагреве. Аккомодационная способность их структуры полностью (в сплавах Al–Ce и Al–La) или частично (в сплаве Al–Ni) сохраняется. Напротив, сплав Al–Ca–Mn–Fe после кручения под высоким давлением почти не содержит в структуре эвтектических частиц. Тем не менее его упрочненное состояние сохраняется при нагреве до 200 °C за счет замедления диффузионных процессов в результате обогащения твердого раствора марганцем и выделения при нагреве наноразмерных частиц Al₆(Mn, Fe), сдерживающих рост зерна. Это дополнительно повышает прочность (до 900 МПа), но снижает пластичность.

Повышенной термической стабильностью (до 400 °C) обладают полученные ротационной ковкой ультрамелкозернистые Zr–Nb сплавы (см. гл. 3), причем их аккомодационная способность полностью сохраняется

после нагрева. Повышенная термостойкость этих сплавов связана в основном с высокой температурой плавления циркония и ниобия.

Низкая аккомодационная способность термически стабильной высокопрочной структуры в большинстве случаев улучшается только при нагреве выше температур сохранения высокой прочности. Так объемно-азотированную сталь 08X17T (см. гл. 2) можно дополнительно упрочнить за счет деформации кручением под высоким давлением – максимальное упрочнение (твердость) достигает 0,9 ГПа, причем оно сохраняется и даже усиливается до 1 ГПа при нагреве до 450–500 °С. В этом случае факторами повышения прочности является сформированная нанокристаллическая структура, пересыщенная азотом, и повышенная плотность кристаллических дефектов, а высокая прочность при нагреве обеспечивается дополнительным выделением из твердого раствора наноразмерных частиц Cr_2N , сдерживающих рост зерна. Однако сформированная в стали в результате кручения под высоким давлением сильно фрагментированная структура с высокой плотностью дислокаций из-за высокой концентрации азота в твердом растворе обладает низкой аккомодационной способностью, как до нагрева, так и после; и при растяжении образцы хрупко разрушаются уже в упругой области деформации. Повышение аккомодационной способности такой структуры возможно за счет отжига при температурах выше 500 °С, что, тем не менее, приведет к существенному снижению прочности (по сравнению с состоянием до отжига).

При нагреве циркониевых сплавов Э110 (Zr–1 % Nb), Э635 (Zr–1 % Nb–0,3 % Fe–1,2 % Sn) и Э125 (Zr–2,5 % Nb), содержащих ω -фазу высокого давления после обработки КВД, происходит обратное ω -Zr \rightarrow α -Zr превращение, вызывающее снижение микротвердости. Температура обратного ω -Zr \rightarrow α -Zr превращения зависит как от химического состава сплава, так и от температуры деформации кручением под высоким давлением. В сложнелегированном сплаве Э635 затруднено как прямое, так и обратное фазовое превращение α -Zr \rightarrow ω -Zr. Повышение температуры процесса кручения под высоким давлением от комнатной до 200 °С повышает температуру и обратного превращения. Таким образом, наименее легированный сплав Э110, подвергнутый кручению под высоким давлением при комнатной температуре, термически стабилен при нагреве до температуры около 150 °С. Для сложнелегированного сплава Э635 или сплава с более высоким содержанием ниобия (Э125) температура начала разупрочнения составляет около 300 °С. При повышении температуры

деформационной обработки кручением под высоким давлением до 200 °С разупрочнение начинается при более высоких температурах нагрева: 300; 325 и 350 °С для сплавов Э110, Э125 и Э635, соответственно. Однако, аккомодационная способность структуры в этих сплавах низкая и повышается только нагревом до температур выше термической устойчивости их упрочненного состояния; тем не менее, такой способ позволяет создать баланс высокой прочности и пластичности в сплаве, обычно недостижимый иными методами.

Эффективным способом повышения термической устойчивости упрочненного состояния является формирование ультратонкой мультислоистой структуры сплава (с толщиной слоев около 100 нм), устойчивой к нагревам и обеспечивающей высокую прочность. Такие структуры могут быть созданы методом кручения под высоким давлением в материале, состоящим минимум из двух разнородных металлов со слабой взаимной диффузией и различной деформационной способностью. Так получены высокопрочные композиционные материалы на основе ферритной высокохромистой стали 08X17T и ванадиевого сплава V–Ti–Cr с ультратонкой (до 100 нм) мультислоистой структурой с аномально высокой термической стабильностью их упрочненного состояния вплоть до температуры 700 °С. При том, что термическая устойчивость упрочненного состояния и стали и ванадиевого сплава не превышает 400–450 °С. Хотя аккомодационная структура таких композиционных структур невелика, минимальный запас пластичности они сохраняют. А за счет выбора компонентов таких композиционных материалов и изменения режимов их деформационной и термической обработки удалось достичь сочетания высокой прочности до 800–1000 МПа и относительного удлинения до 3 %.

Таким образом, для обеспечения сочетания термической устойчивости упрочненного состояния ультрамелкозернистого сплава и сохранения аккомодационной способности после нагрева необходимо обеспечить формирование структуры, либо с повышенной объемной долей наноразмерных частиц в малодефектных динамически рекристаллизованных зернах, либо структуры склонной к выделению таких частиц при нагреве. Высокая термическая устойчивость иных структур, обеспечивающих высокую прочность и пластичность, достигается в основном в сплавах, имеющих более тугоплавкую металлическую основу. Для высокопрочных сплавов с низкой аккомодационной способностью повышение пластичности возможно только за счет отжига при температурах выше термической

устойчивости упрочненного состояния. Эффективным способом достижения высокопрочного и термически устойчивого состояния является создание ультратонких мультислоистых структур из разнородных металлов с медленной взаимной диффузией.

Глава 5. Структурные факторы и способы сохранения высокотемпературной прочности

Особенно актуальна проблема сохранения упрочненного состояния при горячей деформации сплавов. В процессе горячей деформации и последующей выдержки при заданной температуре металл попадает в условия, при которых в нем одновременно проходят процессы деформационного упрочнения (горячий наклеп) и динамического разупрочнения. При горячей деформации сталей процесс разупрочнения обычно превалирует над процессом упрочнения, т.е. горячий наклеп полностью или частично снимается.

Повышение температуры деформации обычных углеродистых сталей неизбежно приводит к резкому снижению напряжения течения на кривых деформации. Так, стали 22К и 09Г2С уже при низких температурах нагрева (около 100–200 °С) начинают терять прочность, а при температурах 500 и 600 °С, соответственно, для сталей 22К и 09Г2С, их прочность составляет всего 50 % прочности при комнатной температуре. Кроме этого меняется форма кривых деформации: резко уменьшается равномерная деформация, достигая минимума при температурах 650 и 700 °С для сталей 22К и 09Г2С соответственно, что связано с процессами полигонизации. Деформация образцов сталей 22К и 09Г2С при температурах выше 600 и 800 °С, соответственно, проходит через чередующиеся процессы упрочнения-разупрочнения из-за циклов динамической рекристаллизации, что отображается на волнообразной форме кривых деформации (рис. 9).

В высоколегированных сталях (например в Cr–Ni аустенитных коррозионностойких) эффект снижения напряжения течения с ростом температуры ниже; более того до определенных температур (700–750 °С) наблюдается и некоторое упрочнение, связанное с наличием высоколегированного аустенита в структуре, которое тем не менее будет ниже, чем достигнутое при более низкой температуре деформации (рис. 10 а, б).

Объемно-азотированные стали (см. гл. 2) обладают при 700 °С повышенной прочностью (до 220 МПа, что в 2,5 раза выше, чем у стали без азота) при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение

около 55 %) за счет наличия в ее структуре дисперсных частиц термически стабильных нитридов хрома и легированного твердого раствора. Повышенной высокотемпературной прочностью обладают также алюминиевые и циркониевые сплавы, упрочненными методами больших пластических деформаций (см. гл. 3), за счет устойчивости полученных структур при нагреве до определенных температур. Так, при 300 °С предел текучести и предел прочности сплава Э125, упрочненного ротационной ковкой, выше в 1,3–1,5 раза и в 1,1–1,2 раза, соответственно, по сравнению с холоднодеформированным сплавом; при этом относительное удлинение у сплава, упрочненного ковкой, выше, чем у холоднодеформированного сплава (17 %).

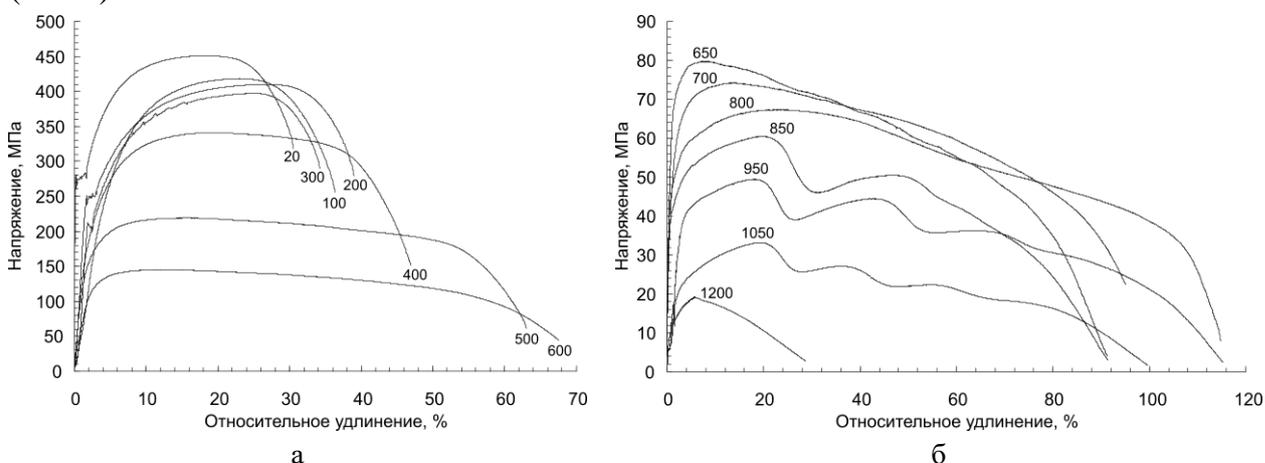


Рис. 9. Кривые растяжения стали 22К при растяжении в интервале температур от 20 до 600 °С (а) и от 650 до 1200 °С (б)

В целом традиционные способы повышения высокотемпературной прочности сплавов ограничены и не один из известных способов не позволяет достичь состояния горячего упрочнения в обычных легированных сталях.

В настоящей работе показано, что эффективное горячее упрочнения в сплавах можно обеспечить путем создания в нем неравновесного состояния в условиях высоких температур или горячей деформации, обеспечивающего механизмы стабилизации дислокационных структур при высоких температурах.

Ранее А.Д. Озерским и А.А. Кругляковым разработан новый класс штамповых сталей на ферритной основе с пониженной температурой $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения, названных сталями с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ).

Проведенные в настоящей работе масштабные исследования таких сталей разных схем легирования (в т.ч. Fe–C–Si–Cr–Ni–Mn–Mo–V–Ti–Nb) выявили механизмы и кинетику их упрочнения при высокотемпературной

деформации. В результате открыт эффект стабилизации и усиления упрочнённого состояния при температурах выше критических температур A_{C1} . Суть эффекта заключается в сохранении или даже усилении прочности стали, находящейся в γ - или $(\gamma + \alpha)$ области, при более высоких температурах деформации (до 800 °С). Так, деформация растяжением или сжатием со степенью 8–10% при температуре 450 °С стали с РАПЭ повышает уровень прочности до 450 МПа, а последующая деформация при 750 °С способствует дальнейшему повышению прочности до 500–650 МПа в зависимости от схемы деформационно-термической обработки (рис. 10 а, в).

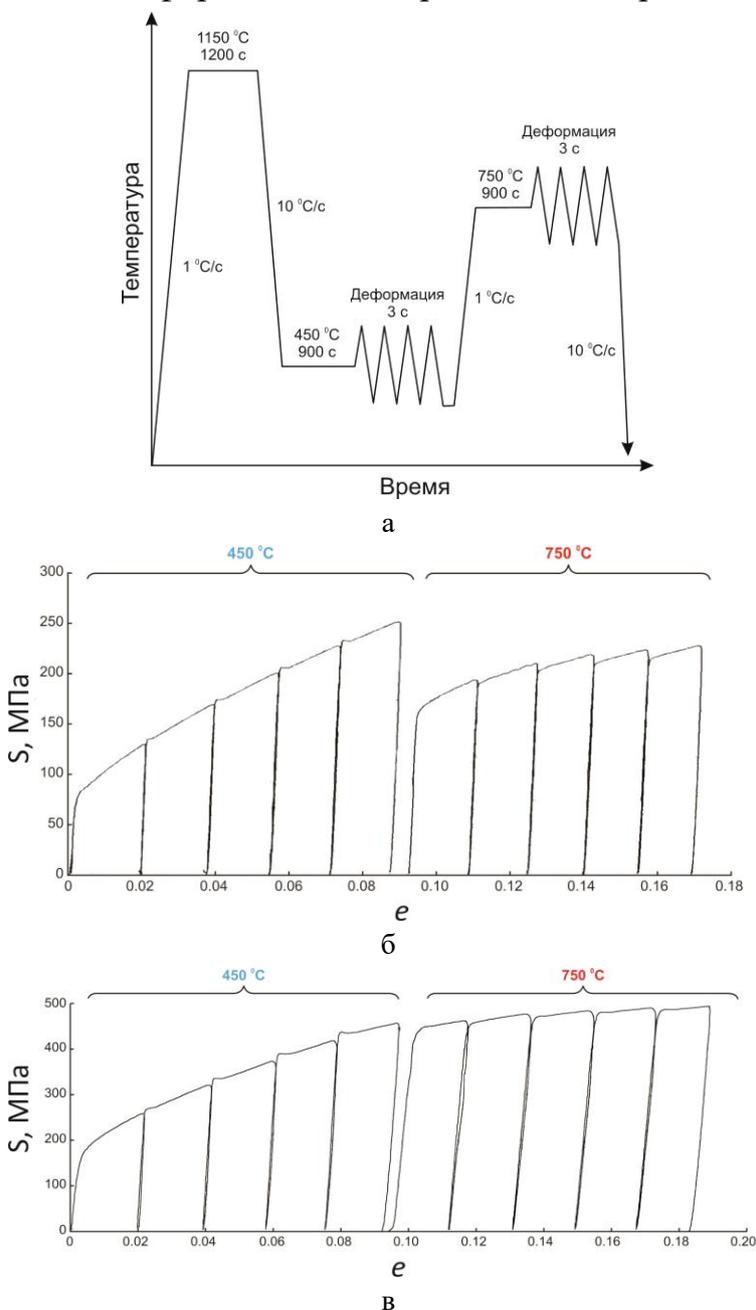


Рис. 10. (а) Диаграмма горячей деформационной обработки (а) и соответствующие кривые «напряжение-деформация» для (б) стали 08X18N10T и (в) стали РАПЭ

Понимание механизмов и кинетики горячего упрочнения сталей с РАПЭ позволили разработать способы деформационно-термической обработки, позволяющие управлять деформационным упрочнением и прочностью сталей с РАПЭ при высоких температурах непосредственно в условиях прессования (т.е. управлять состоянием горячего упрочнения). Так аустенизация при температуре 1150 °С, выдержка и предварительная деформация при температуре 450 °С с последующим охлаждением до комнатной температуры и быстрым нагревом на температуру деформации 750 °С стабилизирует состояние

горячего наклепа и способствует максимальному упрочнению стали при температуре 750 °С (до 650 МПа). Предложенный химический состав стали и разработанный способ упрочнения защищены двумя патентами РФ.

Установлено, что эффект горячего упрочнения достигается у сталей с таким химическим составом и температурой аустенизации, которые влияют на степень растворения частиц карбидов/интерметаллидов и тем самым способствуют стабилизации переохлажденного аустенита, накоплению высокой плотности дислокаций при высокотемпературной деформации и обеспечению условий для выделения упрочняющих наноразмерных фаз в условиях высоких температур или в процессе высокотемпературной деформации.

Структура сталей с РАПЭ после горячей деформации показана на рис. 11-13. Анализ изображений свидетельствует о большей плотности дислокаций в структуре после деформации при 750 °С по сравнению с 450 °С, а процессы динамической рекристаллизации не развиваются.

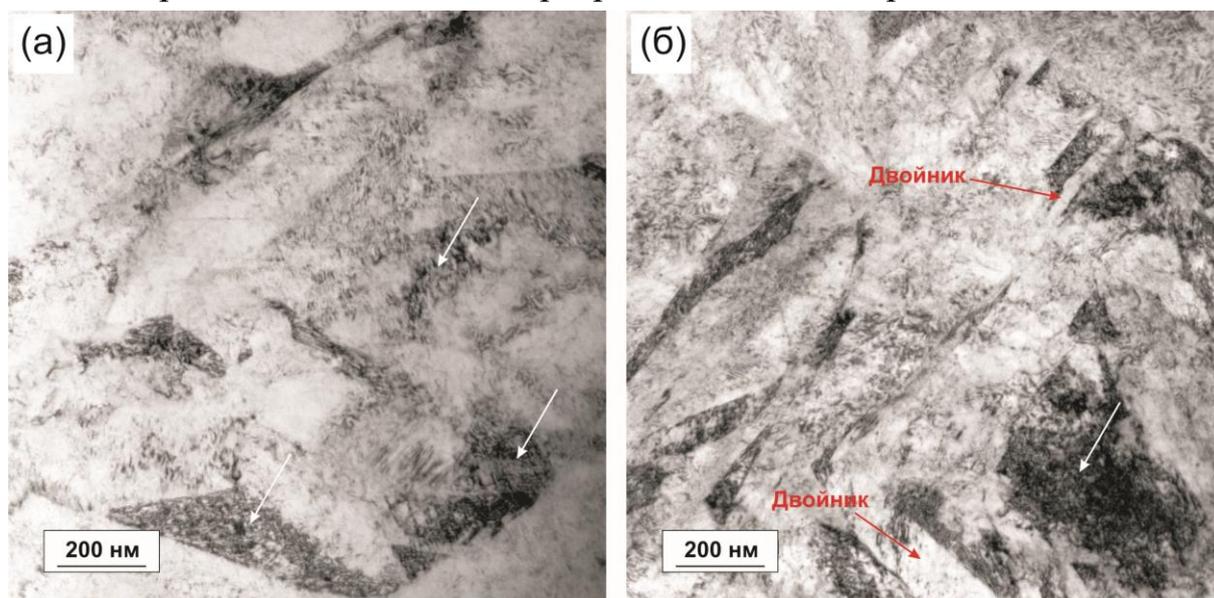


Рис. 11. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 °С, нагрева до 750 °С, выдержки и охлаждения до комнатной температуры

Проведена оценка ресурса горячего упрочнения стали с РАПЭ. Для этого осуществляли деформационно-термическую обработку образцов по схеме сжатия, включающую этап предварительного горячего упрочнения (в интервале 450–750 °С) и этап длительной (9 циклов с истинной деформацией 0,02 за цикл) горячей деформации (при 750 °С). Установлено, что в процессе длительной горячей деформации относительная величина разупрочнения образца составляет всего около 8 %. Это обеспечивает длительный период стабильной эксплуатации штампового инструмента из стали с РАПЭ при

температурах 450–750 °С (в 5–10 раз больший по сравнению с традиционными высоколегированными сталями).

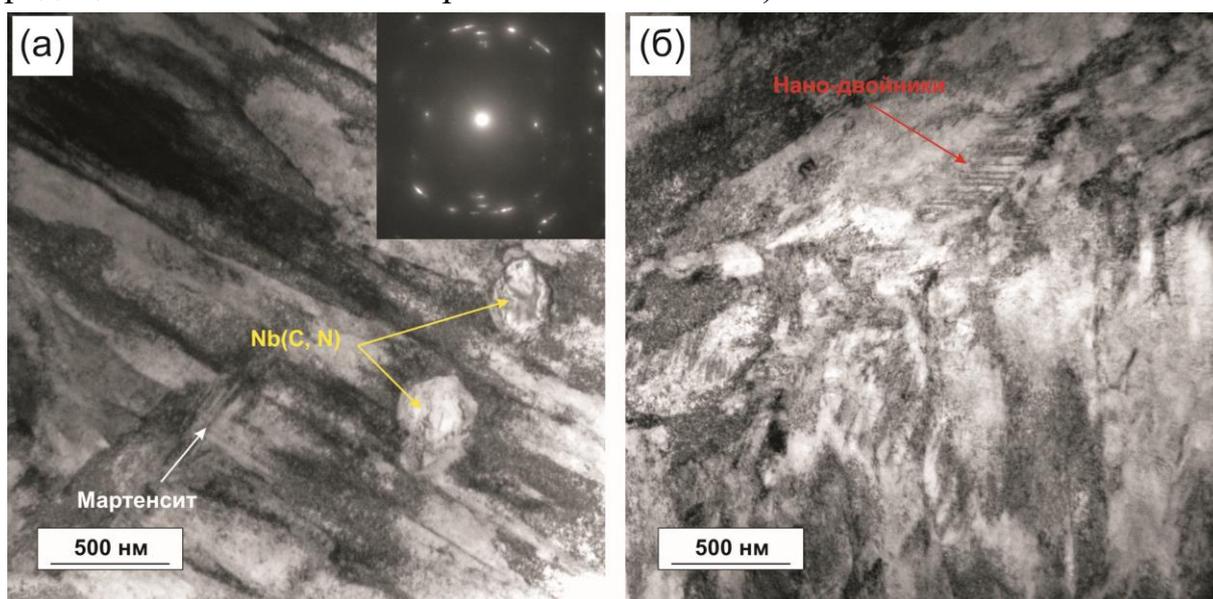


Рис. 12. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, выдержки и деформации при 450 и 750 °С и охлаждения до комнатной температуры

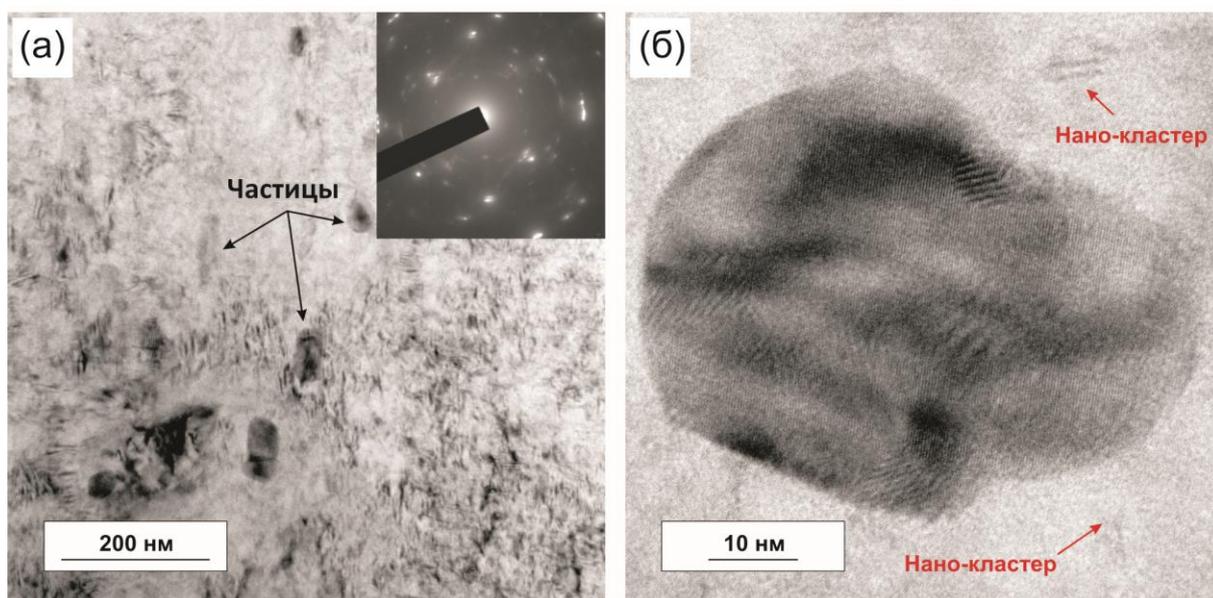


Рис. 13. Микроструктура стали с РАПЭ после аустенизации при 1150 °С, деформации при 450 °С, охлаждения, быстрого нагрева до 750 °С, деформации и охлаждения до комнатной температуры

Выявлен и количественно определен раздельный вклад механизмов (процессов) и структурных факторов горячего упрочнения в комплексное горячее упрочнение стали с РАПЭ (в процентах от общего вклада, см. таблицу). При истинной деформации $\epsilon = 0,02$ основной вклад в горячее упрочнение стали с РАПЭ при температуре 750 °С вносит деформационное упрочнение (37 %), упрочнение при деформации в двухфазной ($\alpha + \gamma$)-области (34 %), дисперсионное упрочнение (19 %) и упрочнение от полиморфных превращения – фазового наклепа (10 %).

Таблица. Количественные значения вклада различных механизмов в горячее упрочнение стали с РАПЭ при температуре 750 °С

Механизм	Напряжение, МПа*	Вклад, %
Базовый уровень	228	0
Деформационное упрочнение	390	37
Дисперсионное и нанофазное упрочнение	472	19
Упрочнение от полиморфных превращений	515	10
Упрочнение от деформации в ($\gamma + \alpha$)-структуре	659	34
Итого		100

* для истинной степени деформации $e = 0,02$

Таким образом, впервые выявлено и экспериментально продемонстрировано новое явление, которое ранее в металловедении считалось невозможным с точки зрения термодинамического равновесия – склонность сталей к накоплению дислокаций при высоких температурах, а не к их аннигиляции. За счет этого создаются условия сохранения высокопрочного состояния при высоких температурах.

Выводы

1. Для сплавов разных классов предложен общий подход к обеспечению баланса высокой прочности и пластичности, разработаны практические способы управления таким балансом в широком диапазоне температур на основе создания структурно-фазового и субструктурного состояния материала, обеспечивающего одновременно упрочнение и процессы аккомодации при деформации, а также стабилизацию (сохранение) таких структур при повышенных температурах.

2. Выявлены структурные механизмы и факторы, обеспечивающие процессы аккомодации и повышения пластичности при деформации в разных сплавах: повышение однородности микро- и макроструктуры либо, напротив, создание градиентной или бимодальной структуры; формирование ультрамелкозернистой структуры по механизму динамической рекристаллизации с накоплением дислокаций на границах кристаллитов; формирование двойниковых и нанодвойниковых границ; рассеяние кристаллографической текстуры.

Для обеспечения термической устойчивости упрочненного состояния сплава и сохранения аккомодационной способности после нагрева наиболее эффективны структуры с повышенной объемной долей наноразмерных частиц в малодефектных динамически рекристаллизованных зернах и структуры склонные к выделению таких частиц при нагреве.

3. Предложены и реализованы на практике для различных сплавов способы достижения баланса прочности и пластичности за счет выбора

химического состава материала, режимов его исходной термической обработки и последующей деформационной или деформационно-термической обработки, с использованием как традиционных методов деформации (знакопеременный изгиб, сжатие/растяжение), так и методов больших пластических деформаций (кручение под давлением, равноканальное угловое прессование, ротационная ковка), а так же недеформационными методами упрочнения:

- в медных сплавах для повышения прочности с сохранением высокой пластичности необходима немонотонная деформация по схеме знакопеременного изгиба, создающая градиентную структуру (ячеистую дислокационную структуру в поверхностных слоях и вязкую сердцевину) и ослабления текстуры, либо образования двойников деформации. Такой способ рекомендован для использования в технологиях производства листовых металлических материалов на основе меди с использованием промышленных роликовых правильных агрегатов;

- для двухкомпонентных сплавов систем Al–Ce, Al–La, Al–Ni с композитной эвтектической структурой и отсутствием растворимости в матрице эвтектикообразующего компонента многократное увеличение прочности с сохранением высокой пластичности достигается обработкой методами больших пластических деформаций (кручением под высоким давлением), за счет формирования нано- и субмикронных кристаллитов свободных от дефектов и измельчения эвтектических частиц до наноразмера, что так же обеспечивает повышенную термостойкость сплавов;

- в сплаве Al–4 % Ca дополнительно легированного железом и марганцем (около 1 %) максимальный уровень прочности до 800 МПа при сохранении высокой пластичности – относительного удлинения до 10 % и повышенная термостойкость (до 200 °С) достигается обработкой кручением под высоким давлением за счет измельчения эвтектических частиц до наноуровня с последующей трансформацией большинства из них в сегрегации кальция, обогащения кальцием твердого раствора (Al) и формирования бимодальной нанокристаллической структуры;

- для эвтектических алюминиевых сплавов установлено определяющее влияние типа эвтектических частиц и их кристаллографического соотношения с матрицей на структурообразование и механическое поведение алюминиевых сплавов, что позволяет выбирать системы легирования и создавать наиболее предпочтительные эвтектические структуры в алюминиевых и других сплавах (в т.ч. с другой кристаллической решеткой),

способные к упрочнению при сохранении пластичности после больших пластических деформаций;

- в циркониевом сплаве Zr–2,5% Nb (Э125) увеличение прочности в 2,1 раза до 800 МПа с сохранением высокой пластичности (относительное удлинение 14–30 %) в широком интервале температур (до 400 °С) обеспечивается ротационной ковкой за счет формирования зеренно-субзеренной ориентированной бимодальной субмикроструктурной структуры с высокой плотностью дислокаций;

- максимальная прочность циркониевого сплава Э125 до 900 МПа и относительное удлинение до 5 % достигается кручением под высоким давлением и последующим отжигом за счет формирования структуры с небольшим количеством ω -Zr-фазы (10–30 %) при сохранении достаточно малого размера зерна (100–300 нм);

- для коррозионностойких хромистых сталей на тонких (до 1 мм) полосах многократное упрочнение (прочность до 1000–1400 МПа при 20 °С и до 220 МПа при 700 °С) при сохранении высокой пластичности (относительное удлинение 5–16 % при 20 °С и до 55 % при 700 °С) обеспечивается созданием композитной структуры «азотистый феррит + нитриды хрома» после высокотемпературного азотирования с последующим отпуском в интервале температур 550–750 °С; а в хромоникелевых сталях упрочнение в 2–3 раза и пластичность до 30 % достигается за счет формирования градиентной структуры, развития двойникования и выделения дисперсных нитридов.

4. Созданы новые высокопрочные композиционные материалы «сталь/ванадиевый сплав» с ультратонкой мультислоистой структурой, в которых за счет выбора компонентов и изменения режимов деформационной (методом кручения под высоким давлением) и термической обработки достигается сочетание высокой прочности до 800–1000 МПа, относительного удлинения до 3 % и высокой термической стабильности упрочненного состояния до 700 °С.

5. В сталях с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) эффективное упрочнение и сохранение (или повышение) высокой прочности при температурах до 700–800 °С достигается созданием неравновесного состояния в условиях высоких температур или горячей деформации за счет легирования, способствующего стабилизации переохлажденного аустенита, обеспечения условий для выделения упрочняющих фаз и накопления высокой плотности дислокаций при

высокотемпературной деформации. Это обеспечивает повышение рабочей температуры штампового инструмента из сталей с РАПЭ до 750–800 °С с увеличением ресурса стойкости инструмента в 5–10 раз по сравнению с традиционными вольфрам-содержащими штамповыми сталями.

6. Предложенные общий подход к достижению баланса прочности и пластичности, и способы управления этими свойствами через структуру реализованы при создании состояний с повышенной прочностью и пластичностью в сплавах разных классов в новых технологиях получения изделий с высокой прочностью и пластичностью:

- способ одновременной правки полуфабриката из медных сплавов и его упрочнения за счет знакопеременной деформации изгибом;

- технология получения длинномерных прутков из биоинертного сплава Zr–2,5 % Nb методом ротационнойковки;

- схемы и режимы деформационно-термической обработки стали с РАПЭ для горячего прессования;

- технологии получения высокопрочных композиционных проводников «медь/алюминиевый сплав Al–10 % La»;

- материала корпуса устройства локализации расплава атомных реакторов ВВЭР нового поколения;

- технологии получения высокопрочных композиционных материалов на основе коррозионностойкой стали и ванадиевого сплава.

Список основных публикации по теме диссертации в изданиях из списка ВАК

1. **Рогачев С.О.** К управлению деформационным упрочнением и пластичностью металлических материалов в широком диапазоне температур // Деформация и разрушение материалов.–2023.–№ 10.–С. 2–9
2. **Рогачев С.О.**, Наумова Е.А., Табачкова Н.Ю., Тен Д.В., Сундеев Р.В., Задорожный М.Ю. Влияние кручения под высоким давлением на структуру и механические свойства сплава Al–Ca–Cu // Физика металлов и металловедение.–2023.–Т. 124.–№ 6.–С. 550–556
3. **Рогачев С.О.**, Шелест А.Е., Андреев В.А., Юсупов В.С., Табачкова Н.Ю., Тен Д.В., Исаенкова М.Г., Крымская О.А. Влияние предварительной термической обработки на формирование структуры и механические свойства латуни при знакопеременном изгибе // Деформация и разрушение материалов.–2023.–№ 6.–С. 23–30
4. Андреев В.А., **Рогачев С.О.**, Романцев Б.А., Скрипаленко М.М., Юсупов В.С. Влияние винтовой прокатки на структуру и механические свойства

- титановых сплавов // Деформация и разрушение материалов.–2023.–№ 11.– С. 22–32
5. **Рогачев С.О.**, Сундеев Р.В., Андреев В.А., Николаев Е.В., Тен Д.В., Токарь А.А. Влияние отжига на механическое поведение при растяжении медно-алюминиевых композитов, полученных ротационной ковкой // Деформация и разрушение материалов.–2022.–№ 12.–С. 31–38
 6. Кругляков А.А., **Рогачев С.О.**, Никулин С.А., Нгуен Х.С., Лебедева Н.В., Панова Г.А. Стабилизация состояния горячего наклепа штамповой стали при термомеханической обработке // Деформация и разрушение материалов.–2022.–№ 5.–С. 33–39
 7. **Рогачев С.О.**, Перкас М.М., Юсупов В.С., Шелест А.Е., Андреев В.А., Хаткевич В.М., Исаенкова М.Г., Бабич Я.А. Влияние знакопеременного изгиба на структуру и механические свойства технически чистой меди // Металловедение и термическая обработка металлов.–2021.–№ 11.–С. 38–43
 8. **Рогачев С.О.**, Наумова Е.А., Карелин Р.Д., Андреев В.А., Перкас М.М., Юсупов В.С., Хаткевич В.М. Структура и механические свойства эвтектического алюминиевого сплава Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc после теплового равноканального углового прессования // Известия вузов. Цветная металлургия.–2021.–Т. 27.–№ 2.–С. 56–65
 9. **Рогачев С.О.**, Сундеев Р.В., Андреев В.А., Юсупов В.С., Хаткевич В.М., Николаев Е.В., Бондарева С.А. Механическое поведение медно-алюминиевого плакированного композита в процессе ротационнойковки // Деформация и разрушение материалов.–2021.–№ 11.–С. 15–22
 10. **Рогачев С.О.**, Хаткевич В.М. Структура, фазовый состав и механические свойства сплава Fe-20Cr-1,5V-1,5Zr после высокотемпературного азотирования // Деформация и разрушение материалов.–2021.–№ 5.–С. 34–40
 11. **Рогачев С.О.**, Андреев В.А., Юсупов В.С., Хаткевич В.М., Николаев Е.В., Перкас М.М., Бондарева С.А. Структура и механические свойства биметаллических проводов «алюминиевый сплав / медь» после ротационнойковки // Металловедение и термическая обработка металлов.–2020.–№ 12.–С. 26–31
 12. Никулин С.А., **Рогачев С.О.**, Васильев С.Г., Белов В.А., Николаев Ю.А. Влияние высоких температур на механические свойства стали 09Г2С // Деформация и разрушение материалов.–2020.–№ 7.–С. 32–35
 13. Никулин С.А., **Рогачев С.О.**, Васильев С.Г., Белов В.А., Турилина В.Ю., Николаев Ю.А. Влияние высоких температур на механические

свойства стали 22К // Деформация и разрушение материалов.–2020.–№5.– С. 22–26

14. **Рогачев С.О.**, Никулин С.А., Хаткевич В.М., Табачкова Н.Ю., Сундеев Р.В. Особенности структурообразования и упрочнение гибридного материала на основе ванадиевого и циркониевого сплавов при сдвиговой деформации под давлением // Деформация и разрушение материалов.– 2017.–№ 9.–С. 35–39
15. **Рогачев С.О.**, Хаткевич В.М., Кадач М.В., Лысенкова Е.В., Стомахин А.Я. Применение высокотемпературного азотирования для повышения прочности тонколистовой титансодержащей стали типа Х18Н12АТ // Деформация и разрушение материалов.–2017.–№ 6.–С. 34–38
16. Никулин С.А., Хаткевич В.М., **Рогачев С.О.**, Денисенко К.С., Нечайкина Т.А. Структура и механические свойства сплава системы Fe-Cr-V, легированного азотом из газовой фазы методом высокотемпературного азотирования // Физика и химия обработки материалов.–2016.–№ 2.–С. 52–57
17. Никулин С.А., **Рогачев С.О.**, Рожнов А.Б., Хаткевич В.М., Нечайкина Т.А., Морозов М.В. Структура и свойства слоистого композита сталь / ванадиевый сплав / сталь, полученного кручением под высоким давлением // Деформация и разрушение материалов.–2015.–№ 12.–С. 6–9
18. **Рогачев С.О.**, Хаткевич В.М., Кайбышев Р.О., Тихонова М.С., Добаткин С.В. Особенности азотированной стали 08Х17Т после сдвиговой деформации кручением под высоким давлением // Металлы.–2015.–№ 6.– С. 3–10
19. Хаткевич В.М., Никулин С.А., Рожнов А.Б., **Рогачев С.О.** Механические свойства и характер разрушение ферритных коррозионно-стойких сталей после высокотемпературного азотирования // Металловедение и термическая обработка металлов.–2015.–№ 4–С. 26–31
20. Никулин С.А., **Рогачев С.О.**, Хаткевич В.М., Рожнов А.Б. Упрочнение ферритной коррозионностойкой стали методом «внутреннего» азотирования // Металловедение и термическая обработка металлов.– 2013.–№ 7.–С. 9–12

**Список основных публикаций по теме диссертации, в изданиях
входящих в базы Scopus/Web Of Science**

1. А.А. Кругляков, **С.О. Рогачев**, А.В. Моляров. Высокотемпературная прочность штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации после закалки и отпуска // Известия ВУЗов. Черная

- Металлургия.–2023.–Т. 66.–С. 435–437
2. А.А. Кругляков, **С.О. Рогачев**, П.Ю., Соколов Д.В. Приуполин. Условия сохранения горячего наклепа в штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации // Известия ВУЗов. Черная Metallургия.–2023.–Т. 66.–С. 545–578
 3. **S.O. Rogachev**, A.V. Zavodov, E.A. Naumova, T.V. Chernenok, E.A. Lukina, M.Yu. Zadorozhnyu. Improvement of strength–ductility balance of Al–Ca–Mn–Fe alloy by severe plastic deformation // Materials Letters.–2023.–V. 349.–P. 134797
 4. **S.O. Rogachev**, A.E. Shelest, M.M. Perkas, V.A. Andreev, N.Yu. Tabachkova, V.S. Yusupov, D.V. Ten, M.G. Isaenkova, O.A. Krymskaya. Effect of Alternating Bending on Structure, Texture, and Mechanical Properties of Cu–Zn Alloy // Journal of Materials Engineering and Performance.–2023
 5. **S.O. Rogachev**, R.V. Sundeev, V.A. Andreev, N.V. Andreev, N.Yu. Tabachkova, N.O. Korotkova. The Microstructure and Conductivity of Copper–Aluminum Composites Prepared by Rotary Swaging // Physics of Metals and Metallography.–2022.–V. 123.–P. 1193–1200
 6. **S.O. Rogachev**, R.V. Sundeev, V.A. Andreev, N.V. Andreev, D.V. Ten, E.V. Nikolaev, N.Yu. Tabachkova, V.M. Khatkevich. Structure, Mechanical and Physical Properties of Cu/Al–10% La Composite Produced by Rotary Forging // Metals.–2022.–V. 12.–P. 1755
 7. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova, E.S. Vasileva, R.V. Sundeev. Al–Ca, Al–Ce and Al–La eutectic aluminum alloys processed by high–pressure torsion // Advanced Engineering Materials.–2022.–V. 24.–P. 2100772
 8. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova, A.V. Doroshenko, R.D. Karelin, V.S. Komarov, V.S. Yusupov, N.Yu. Tabachkova, V.A. Andreev, V.M. Khatkevich. Effect of equal–channel angular pressing on structural evolution, phase transformations and mechanical properties of Al–4Ca–0.8Mn–1.3Fe–0.1Zr–0.1Sc hypoeutectic alloy // Journal of Alloys and Compounds.–2022.–V. 914.–P. 165379
 9. **S.O. Rogachev**, N.A. Belov, S.O. Cherkasov, R.V. Sundeev. Joint effect of electromagnetic casting and high–pressure torsion on the structure and hardening of Al_{3.3}Cu_{2.5}Mn_{0.5}Zr (wt%) alloy // Materials Letters.–2022.–V. 324.–P. 132776
 10. **S.O. Rogachev**, V.A. Andreev, V.S. Yusupov, S.A. Bondareva, V.M. Hatkevich, E.V. Nikolaev. Effect of rotary forging on microstructure evolution and mechanical properties of aluminum alloy / copper bimetallic material //

- Metals and Materials International.–2022.–V. 28.–P. 1038–1046
11. A.A. Krugljakow, **S.O. Rogachev**, N.V. Lebedeva, P.Yu. Sokolov, A.M. Arsenkin, V.M. Khatkevich. On the nature of hot work hardening phenomenon in die steel with regulated austenitic transformation during exploitation // Materials Science and Engineering: A.–2022.–V. 833.–P. 142548
 12. **S.O. Rogachev**, V.A. Andreev, M.V. Gorshenkov, D.V. Ten, A.S. Kuznetsova, A.B. Shcherbakov. Rotary Forging to Improve the Strength Properties of the Zr–2.5% Nb Alloy // Physics of Metals and Metallography.–2022.–V. 123.–P. 939–944
 13. E.A. Naumova, **S.O. Rogachev**, R.V. Sundeev. Effect of severe plastic deformations on structure features and mechanical behavior of Al₄Ca intermetallic in Al-18% Ca alloy // Journal of Alloys and Compounds.–2021.–V. 854.–P. 157117
 14. **S.O. Rogachev**, R.V. Sundeev, S.A. Nikulin. Effect of severe plastic deformation by high-pressure torsion at different temperatures and subsequent annealing on structural and phase transformations in Zr-2.5% Nb alloy // Journal of Alloys and Compounds.–2021.–V. 865.–P. 158874
 15. S.A. Nikulin, **S.O. Rogachev**, Yu.A. Nikolaev, S.G. Vasiliev, V.A. Belov, V.Yu. Turilina. High-temperature mechanical properties of low-carbon steel used for the manufacture of core catcher vessel // Progress in Nuclear Energy.–2021.–V.142.–P. 104015
 16. **S.O. Rogachev**, V.M. Khatkevich, R.V. Sundeev. High strength in layered metal composites obtained by high-pressure torsion // Materials Letters.–2021.–V. 303.–P. 130567
 17. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova. Thermal stability of Al-Ca and Al-Ce alloys obtained by high-pressure torsion // Journal of Materials Engineering and Performance.–2021.–V. 30.–P. 9192–9199
 18. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova, E.A. Lukina, A.V. Zavodov, V.M. Khatkevich. High strength Al-La, Al-Ce, and Al-Ni eutectic aluminum alloys obtained by high-pressure torsion // Materials.–2021.–V. 14.–P. 6404
 19. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova, R.D. Karelin, V.A. Andreev, M.M. Perkas, V.S. Yusupov, V.M. Khatkevich. Effect of Warm Equal-Channel Angular Pressing on Mechanical Properties of Al–Mg–Ca–Mn–Fe–Zr Alloy // Physics of Metals and Metallography.–2021.–V. 122.–P. 67–73
 20. **С.О. Рогачев**, С.А. Никулин, В.М. Хаткевич. Влияние деформации сдвигом под давлением при различных температурах на механические свойства циркониевого сплава Э125 // Цветные металлы.–2021.–№ 5.–С.

21. A.A. Krugljakow, S.A. Nikulin, **S.O. Rogachev**, Hoan Xuan Nguyen, N.V. Lebedeva, G.A. Panova. Hot-hardening phenomenon in die steel during thermomechanical processing // *Materials Letters*.–2020.–V. 266.–P. 127475
22. **S.O. Rogachev**, S.A. Nikulin, V.M. Khatkevich, R.V. Sundeev, A.A. Komissarov. Features of Structure Formation in Layered Metallic Materials Processed by High Pressure Torsion // *Metallurgical and Materials Transactions A*.–2020.–V. 51.–P. 1781–1788
23. **С.О. Рогачев**, А.Я. Стомахин, С.А. Никулин, М.В. Кадач, В.М. Хаткевич. Структура и механические свойства аустенитных Cr-Ni-Ti сталей после высокотемпературного азотирования // *Известия ВУЗов. Черная металлургия*.–2019.–Т. 62.–С. 366–373
24. **S.O. Rogachev**, V.M. Khatkevich, S.A. Nikulin, M.V. Ignateva, A.A. Gromov. High thermally stable multi-layer steel/vanadium alloy hybrid material obtained by high-pressure torsion // *Materials Letters*.–2019.–V. 255.–P. 126527
25. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova, R.V. Sundeev, N.Yu. Tabachkova. Structural and phase transformations in a new eutectic Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc alloy induced by high pressure torsion // *Materials Letters*.–2019.–V. 243.–P. 161–164
26. **S.O. Rogachev**, E.A. Naumova, E.S. Vasileva, M.Yu. Magurina, R.V. Sundeev, A.A. Veligzhanin. Structure and mechanical properties of Al-Ca alloys processed by severe plastic deformation // *Materials Science and Engineering A*.–2019.–V. 767.–P. 138410
27. **S.O. Rogachev**, S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, M.V. Gorshenkov. Microstructure, Phase Composition, and Thermal Stability of Two Zirconium Alloys Subjected to High-Pressure Torsion at Different Temperatures // *Advanced Engineering Materials*.–2018.–V. 20.–P. 1800151
28. **S.O. Rogachev**, S.A. Nikulin, V.M. Khatkevich, M.V. Gorshenkov, R.V. Sundeev, A.A. Veligzhanin. Effect of annealing on structural and phase transformations and mechanical properties of ultrafine-grained E125 zirconium alloy obtained by high-pressure torsion // *Materials Letters*.–2017.–V. 206.–P. 26-29
29. **S.O. Rogachev**, S.A. Nikulin, V.M. Khatkevich. Structural and Phase Transformations in Internally Nitrided Corrosion-Resistant Steel during Severe Plastic Deformation and Subsequent Annealings // *Steel Research International*.–2017.–V. 88.–P. 1700070
30. **S.O. Rogachev**, S.A. Nikulin, V.M. Khatkevich. Evolution of the Structure

- and Mechanical Properties of a Bulk-Nitrided Corrosion-Resistant Ferritic Steel upon Tempering in the Temperature Range of 400–700°C // *Physics of Metals and Metallography*.–2017.–V. 118.–P. 782–787
31. **S.O. Rogachev**, S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, V.M. Khatkevich, T.A. Nechaykina, M.V. Gorshenkov, R.V. Sundeev. Multilayer “Steel/Vanadium Alloy/Steel” Hybrid Material Obtained by High-Pressure Torsion at Different Temperatures // *Metallurgical and Materials Transactions A*.–2017.–V. 48.–P. 6091–6101
 32. S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, **S.O. Rogachev**, V.M. Khatkevich, V.A. Turchenko, E.S. Khotulev. Investigation of structure, phase composition, and mechanical properties of Zr-2.5% Nb alloy after ECAP // *Materials Letters*.–2016.–V. 169.–P. 223–226
 33. **S.O. Rogachev**, R.V. Sundeev, V.M. Khatkevich. Evolution of the structure and strength of steel/vanadium alloys/steel hybrid material during severe plastic deformation // *Materials Letters*.–2016.–V. 173.–P. 123–126
 34. **S.O. Rogachev**, A.B. Rozhnov, S.A. Nikulin, O.V. Rybal’chenko, M.V. Gorshenkov, V.G. Chzhen, and S.V. Dobatkin. Effect of Torsion Conditions under High Pressure on the Structure and Strengthening of the Zr–1% Nb Alloy // *Physics of Metals and Metallography*.–2016.–V. 117.–P. 371–377
 35. S.A. Nikulin, V.M. Khatkevich, **S.O. Rogachev**, K.S. Denisenko. Structure, Mechanical Properties, and Fracture Behavior of a Fe-Cr-V Alloy Doped with Nitrogen by High-Temperature Gas-Phase Nitriding // *Metallurgical and Materials Transactions A*.–2015.–V. 46.–P. 5864-5870
 36. S.A. Nikulin, **S.O. Rogachev**, A.B. Rozhnov, V.I. Pantsyrnyi, N.E. Khlebova, T.A. Nechaykina, V.M. Khatkevich, M.Yu. Zadorozhnyy. Microstructure and fatigue strength of high-strength Cu-Fe and Cu-V in-situ nanocomposite wires // *Composites: Part B*.–2015.–V. 70.–P. 92–98
 37. S.A. Nikulin, **S.O. Rogachev**, V.M. Khatkevich, A.B. Rozhnov. Structure and Hardness of Corrosion Resistant Ferritic Steels Subjected to High Temperature Nitriding // *Physics of Metals and Metallography*.–2014.–V. 115.–P. 186–191
 38. S.A. Nikulin, **S.O. Rogachev**, V.M. Khatkevich, A.B. Rozhnov, T.A. Nechaykina. Effect of heat treatment on the structure and mechanical properties of 0.08%C-17.0%Cr-0.8%Ti steel after "internal" nitriding // *Journal of Alloys and Compounds*.–2013.–V. 564.–P. 114–116
 39. V. Khatkevich, S. Nikulin, **S. Rogachev**, A. Sergeychev. High-temperature internal nitriding of heavy-section steel products // *Journal of Physics:*

Conference Series.–2017.–V. 879.–P. 012008

40. S. Nikulin, S. Dobatkin, **S. Rogachev**. Nanocrystalline zirconium alloys obtained by severe plastic deformation // Journal of Physics: Conference Series.–2013.–V. 416.–P. 012005

Патенты по теме диссертации

1. Лебедева Н.В., Панова Г.А., Кругляков А.А., **Рогачев С.О.** Способ упрочняющей обработки инструмента из штамповых сталей // Патент на изобретение RU 2776893, заяв. 22.11.2021, опубл. 28.07.2022. Бюл. № 22
2. Никулин С.А., Кругляков А.А., **Рогачев С.О.**, Панова Г.А., Лебедева Н.В. Штамповая сталь // Патент на изобретение RU 2744584, заяв. 18.12.2019, опубл. 11.03.2021. Бюл. № 8
3. Никулин С.А., Рожнов А.Б., **Рогачев С.О.**, Хаткевич В.М., Белов В.А., Нечайкина Т.А. Способ внутреннего азотирования ферритной коррозионно-стойкой стали. Патент на изобретение RU 2522922, заяв. 10.10.2012, опубл. 20.07.2014. Бюл. № 20

Список цитируемой литературы

1. Glezer A.M. On the Relation between the Strength and the Plasticity of Metallic Materials // Russian Metallurgy (Metally). 2016. V. 2016. P. 906–907.
2. Никулин С.А. Структурные факторы управления пластичностью сплавов // Физика металлов и металловедение. 1996. Т. 8. № 3. С. 36–49
3. Прочность сплавов. Часть II. Деформация / Штремель М.А. М.: МИСиС, 1997, 527 с.
4. Ovid'ko A., Valiev R.Z., Zhu Y.T. Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials // Progress in Materials Science. 2018. V. 94. P. 462–540
5. Glezer A.M., Sundeev R.V. General view of severe plastic deformation in solid state // Materials Letters 2015. V. 139. P. 455–457
6. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons Inc., 2014. 456 p.
7. Kumar P., Kawasaki M., Langdon T.G. Review: overcoming the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained materials at low temperatures // Journal of Materials Science. 2016. V. 51. P. 7–18
8. Estrin J., Murashkin M., Valiev R. Ultrafine-grained aluminium alloys: processes, structural features and properties, in Fundamentals of aluminium metallurgy, eds R.N. Lumley, Woodhead Publishing, UK, 2011, pp. 468–503