06 Характер разрушения нержавеющей Cr-Mn-N-стали с наноструктурированными поверхностными слоями при криогенной температуре

© Н.А. Наркевич,¹ И.В. Власов,¹ Ю.Ф. Гоморова,¹ М.С. Сыртанов,² А.И. Толмачев,¹ М.Н. Волочаев³

 ¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055 Томск, Россия
 ² Томский политехнический университет, 634050 Томск, Россия
 ³ Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, 660036 Красноярск, Россия e-mail: natnark@list.ru

Поступило в Редакцию 18 апреля 2023 г. В окончательной редакции 26 сентября 2023 г. Принято к публикации 10 ноября 2023 г.

Исследовано влияние деформационной обработки поверхности нержавеющей аустенитной Cr-Mn-N-стали на ее структуру, механические свойства и характер разрушения при -196° C. В приповерхностном слое после обработки наряду с измельчением структуры отмечено уменьшение параметра решетки аустенита и деформационное старение с образованием частиц CrN и Fe₂N. В сравнении с закаленным состоянием после обработки сталь обладает повышенными пределом текучести и скоростью деформационного упрочнения, но сниженной пластичностью и ударной вязкостью. При этом приповерхностный слой разрушается вязко как при испытаниях на растяжение, так и ударном изгибе при -196° C. Вязкому разрушению приповерхностных слоев способствует снижение внутренних напряжений, связанное с выходом азота из позиций внедрения и образованием нитридов.

Ключевые слова: аустенит, наноструктура, растяжение, ударный изгиб, излом.

DOI: 10.61011/JTF.2024.01.56906.96-23

Введение

При климатических температурах безникелевые высокоазотистые аустенитные стали являются альтернативой Сг-Ni-сталям ввиду сочетания их низкой стоимости с более высокой прочностью, пластичностью и коррозионной стойкостью [1,2]. Они могут использоваться в строительных конструкциях [3,4] и морских платформах [5], работающих в высоких широтах Крайнего Севера, Арктике. Применению этого класса сталей в системах производства, транспортировки и хранения сжиженного природного газа при криогенных температурах препятствует ярко выраженный вязко-хрупкий переход, проявляющийся как при статическом растяжении, так и ударном изгибе [6–14].

Усилия, предпринимаемые для повышения вязкости разрушения высокоазотистых сталей, в основном направлены на оптимизацию системы легирования. В частности, дополнительное легирование медью способствовало повышению ударной вязкости Сг-Мп-N-сталей [7], а с увеличением содержания Мп повышается и пластичность, и ударная вязкость при низких температурах [8]. Введение Ni и Cu стабилизировало аустенит и тем самым снижало температуру вязко-хрупкого перехода [10]. Стали, легированные C+N, имели более низкую температуру вязко-хрупкого перехода, чем легированные только азотом, благодаря усилению металлического характера межатомной связи [11]. Несмотря на востребованность безникелевых нержавеющих сталей для использования не только при низких климатических температурах, но и при криогенных, способы преодоления хрупкого разрушения и повышения ударной вязкости пока не найдены. В современных представлениях хрупкость высокоазотистых сталей при низких и криогенных температурах обусловлена более высокой энергией активации для скольжения дислокаций [6], снижением энергии дефекта упаковки (ЭДУ) и активированием планарного скольжения по плоскостям {111} с высокой плотностью дислокаций [9,12], стабилизацией аустенита и отсутствием мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения как эффективного механизма подавления зарождения и роста трещин [15], упрочняющим влиянием азота и высоким пределом текучести [16].

Повышению трещиностойкости и ударной вязкости, а также других физико-механических свойств металлов и сплавов способствует измельчение их структуры до наноразмерной [17–20]. Измельчение структуры деформацией высокоазотистых сталей положительно влияет на прочностные свойства [21–25]. В случае поверхностного упрочнения деформационными обработками в приповерхностных слоях вследствие локального деформационного нагрева наблюдаются фазовые превращения [21,22], идет деформационное старение [23,24]. В то же время при деформации сдвигом под давлением при комнатной температуре или температуре жидкого азота в отсутствие деформационного нагрева наблюдается деформационно-индуцированное растворение нитридов [26–28]. Структура, формирующаяся в процессе интенсивного деформирования, в значительной степени зависит от локальных термических флуктуаций и характера напряженного состояния. Образование *є*мартенсита с ГПУ решеткой с меньшим объемом кристаллической решетки, чем у аустенита, возможно в областях локального сжатия [26], а выделение нитридов СгN с большим объемом кристаллической решетки — в областях локального растяжения [23].

Влиянию структурных изменений в высокоазотистой Сг-Мп-N-стали при интенсивной пластической деформации на особенности деформационного поведения и характера разрушения при -196°С посвящена настоящая работа.

1. Материал и методы исследования

Исследованную сталь выплавляли в индукционной печи с хромомагнезитовой футеровкой. В качестве шихты использовали армкожелезо, низкоуглеродистый феррохром, металлический марганец и азотированный феррохром. Из печи расплавленный металл сначала выливали в ковш, затем разливали в 5 земляных форм. Химический состав исследованной Cr-Mn-N-стали представлен в таблице.

Химический состав стали

Элемент	Cr	Mn	Si	Ni	С	Ν	Р	S	Fe
Weight, %	16.50	18.81	0.52	0.24	0.07	0.53	0.01	0.001	Bal.

Слитки ковали и разрезали на пластины толщиной 10 mm, шириной 20 mm и длиной 100 mm. После закалки пластин от 1100° C в воде сталь имела однофазную крупнокристаллическую аустенитную структуру с размером зерен $30-50\,\mu$ m. Одну из поверхностей стальных пластин шлифовали и полировали алмазными пастами. После этого проводили упрочняющую деформационную обработку ковкой бойками с ультразвуковой частотой, далее — ультразвуковую ковку (УЗК).

УЗК поверхности проводили при комнатной температуре на воздухе рабочим инструментом с использованием ультразвукового генератора УЗГ 06/27 (выходная мощность 550 W, частота генератора 25 kHz, амплитуда преобразователя 15μ m). Три подвижных в осевом направлении ударника (детали рабочего инструмента), работающих асинхронно, прижимали к обрабатываемой поверхности с нагрузкой 70 N. Нагрузку и вертикальное перемещение ударников обеспечивала пружина, которая является частью рабочего инструмента. Скорость перемещения обрабатываемой поверхности относительно рабочего инструмента составляла 20 mm/s. Из пластины электроискровым способом вырезали образцы для испытаний на растяжение с длиной рабочей части 15 mm и размерами в поперечном сечении 1×2.5 mm, как показано на рис. 1, *а*. Вторую, необработанную, поверхность шлифовали и полировали алмазными пастами.

Для испытаний на ударный изгиб готовили другие образцы. Поверхности закаленной пластины шириной 20 mm и длиной 100 mm шлифовали и полировали, затем обрабатывали УЗК. Из этой пластины на электроискровом станке вырезали стандартные Шарпи-образцы с V-образным надрезом толщиной 10 mm, шириной 5 mm и длиной 55 mm (рис. 1, *b*). В приготовленных образцах обработанными УЗК были боковые грани образцов.

Испытания образцов при растяжении проводили на испытательной машине (Instron 5582, Norwood, MA, USA) при температуре -196° C со скоростью деформации $1.33 \cdot 10^{-4} \, {\rm s}^{-1}$. Для сравнения в аналогичных условиях испытывали образцы после закалки. Поверхности закаленных образцов перед испытаниями на растяжение и ударный изгиб шлифовали и полировали алмазными пастами. В каждом случае было испытано по 3 образца.

Испытания на ударный изгиб проводили на испытательной машине Instron 450MPX (Grove City, PA USA) при движении ударника со скоростью 5.3 m/s. Образцы предварительно охлаждали в жидком азоте до -196° С. Временной промежуток, в течение которого образцы перемещались из термостата с жидким азотом в испытательную машину и испытывались, не превышал 5 s. Для сравнения в аналогичных условиях испытывали образцы после закалки. В каждом случае было испытано не менее 3 образцов.

Структуру приповерхностного слоя стали после УЗК исследовали на трансмиссионном электронном микроскопе (ТЭМ) (Hitachi HT-7700, Japan) с ускоряющим напряжением 120 kV. Поперечные срезы изготавливались с использованием системы фокусируемого ионного пучка FB-2100 (Hitachi, Japan).

Кристаллическую структуру стали исследовали методом рентгеновской дифрактометрии на приборе XRD-7000 (Shimadzu, Japan) в Си K_{α} -излучении при комнатной температуре. Основные параметры кристаллической структуры, как то величину областей когерентного рассеяния (ОКР), внутризеренные микродеформации $\langle \varepsilon \rangle$, определяли методом Williamson-Hall [29].

Исследования поверхностей разрушения проводились с помощью растрового электронного микроскопа LEO EVO 50 (Zeiss, Germany).

2. Результаты исследований и их обсуждение

2.1. Исследование структуры

По данным металлографического анализа толщина деформированного слоя после УЗК составляет порядка



Рис. 1. Схема вырезки и размеры образцов в миллиметрах для испытаний при статическом растяжении (а) и ударном изгибе (b).



Рис. 2. *а* — дифрактограммы Cr-Mn-N-стали после закалки и закалки с последующей УЗК; *b* — параметры решетки аустенита после закалки (1) и закалки с последующей УЗК (2).

150–200 μ m [23]. Рентгеноструктурный анализ этого слоя аустенитной стали не выявил изменений в фазовом составе в сравнении с состоянием после закалки (рис. 2, *a*). Одним из эффектов обработки является уменьшение параметра решетки аустенита (рис. 2, *b*). Другим эффектом является диспергирование структуры до наноразмерной с величиной ОКР D = 18 nm и микродеформациями ГЦК решетки $\langle \varepsilon \rangle = 0.17\%$.

ТЭМ изображение структуры показано на рис. 3. Высокодисперсной аустенитной структуре с непрерывными и дискретными разориентировками ее фрагментов соответствует кольцевая электронограмма (рис. 3, b). Величина фрагментов структуры на темнопольном изображении (рис. 3, c), не превышает 30 nm. Кроме колец на электронограмме присутствуют рефлексы других фаз с межплоскостными расстояниями, отличными от аустенита. Некоторые из них образуют сетки рефлексов. Одна из сеток с осью зоны [112] показана на рис. 3, b. По величине межплоскостных расстояний и углу между направлениями фаза идентифицирована как нитрид CrN ($d_{(111)} = 0.240$ nm, $d_{(220)} = 0.146$ nm) с ГЦК

решеткой. На темнопольном изображении структуры в рефлексе $(11\bar{1})_{CrN}$ видны ярко светящиеся нитриды размерами 1–3 nm (рис. 3, *d*). Присутствуют также области величиной до 10 nm. Другая сетка образована рефлексами, относящимися к оси зоны $[001]_{CrN}$ (рис. 3, *b*), в которой отдельно расположен рефлекс $(\bar{2}\bar{2}0)_{CrN}$, а рефлексы типа $\{200\}_{CrN}$ расположены на кольце $\{111\}_{\gamma}$, поскольку соответствующие кристаллографические плоскости нитрида и аустенита имеют близкие межплоскостные расстояния $(d_{(111)\gamma} = 0.208 \text{ nm}: d_{(200)CrN} = 0.207 \text{ nm}).$

На электронограмме (рис. 3, *b*), показана сетка рефлексов другого нитрида Fe₂N с орторомбической решеткой, параметрами a=0.6147, b=0.5034, c=0.4367 nm и межплоскостными расстояниями $d_{(121)} = 0.2055$, $d_{(002)} = 0.2183$, $d_{(\bar{2}\bar{4}0)} = 0.1165$ nm, впервые обнаруженного нами в работе [23]. Образование Fe₂N при старении высокоазотистых сталей ранее не наблюдалось, поскольку соединение хрома и азота с образованием нитрида Cr₂N термодинамически является более выгодным. По-видимому, образование нитридов CrN и Fe₂N в



Рис. 3. Структура приповерхностного слоя Cr-Mn-N-стали после УЗК: a — светлопольное изображение; b — электронограмма с сетками рефлексов CrN $z = [112]_{CrN}$ и $[001]_{CrN}$, а также сеткой рефлексов Fe₂N $z = [2\overline{1}0]_{Fe_2N}$; c — темнопольное изображение во фрагменте кольца, выделенного селекторной диафрагмой на электронограмме; d — темнопольное изображение в рефлексе $(11\overline{1})_{CrN}$.

условиях низкой диффузионной подвижности атомов и высоких локальных растягивающих напряжений связано с типом их кристаллических решеток, обеспечивающих наилучшее сопряжение матричной и вторичных фаз.

Таким образом, анализ ТЭМ изображений структуры показал, что в процессе деформационной обработки при комнатной температуре в диспергированной аустенитной структуре приповерхностного слоя идет деформационное старение. Образование нитридов CrN и Fe₂N при холодной деформационной обработке УЗК свидетельствует, во-первых, о сильнонеравновесном состоянии твердого раствора, легированного азотом, и, во-вторых, о том, что деформационное старение в этом случае является механизмом релаксации внутренних напряжений, вызванных легированием. О релаксационном процессе свидетельствует уменьшение параметра решетки и тот факт, что объемы решеток нитридов CrN и Fe₂N больше, чем у матричной фазы, следовательно, их образование происходит в локальных областях растягивающих напряжений.

2.2. Испытания при растяжении

Хорошо известно [18], что в предельно деформированном состоянии металлические материалы обладают низкой пластичностью. Пластичность становится еще ниже при отрицательных температурах деформирования. О свойствах высокоазотистой стали при криогенной температуре с упрочненным поверхностным слоем и без него можно судить по рис. 4, характеризующему типичное деформационное поведение и свойства для каждой серии образцов.

Видно, что обработка УЗК повышает предел текучести, но не влияет на предел прочности. Очевидно, что повышение предела текучести обусловлено высоким сопротивлением деформированию приповерхностного слоя с наноструктурой, а величину предела прочности определяет структура в центральной части образца. Момент, когда этот слой перестает выполнять функцию барьера для пластического деформирования при растяжении из-за его разрушения, соответствует деформа-



Рис. 4. Кривые $\delta - \varepsilon$ (*a*) и изменение скорости деформационного упрочнения (*b*) при испытаниях на растяжение при -196° C Cr-Mn-N-стали после закалки от 1100° C (*I*) и после УЗК обработки (*2*).



Рис. 5. Топография излома Cr-Mn-N-стали с поверхностью, обработанной УЗК и испытанной на растяжение при -196° C (*a*); увеличенное изображение фрагмента *A* (*b*), увеличенное изображение фрагмента *B* (*c*).

ции $\varepsilon_{true} = 0.046$ в точке *C* на рис. 4, *b*. Правее этой точки скорость деформационного упрочнения образца становится меньше соответствующей характеристики необработанного образца.

Работа пластической деформации, определенная по площади, ограниченной кривой 2 на рис. 2, *a*, до дефор-

мации $\varepsilon_{true} = 0.046$ на 13% больше соответствующего значения для кривой *I*, что свидетельствует об ограничении структурных механизмов релаксации внешних напряжений в наноструктурированном слое. Таким образом, экспериментальные результаты свидетельствуют о том, что обработка поверхности исследуемой стали УЗК



Рис. 6. Топография излома закаленной Cr-Mn-N-стали после испытаний на ударный изгиб при -196° C: макрорельеф (*a*); микрорельеф фрагмента *A* (*b*); микрорельеф губ среза фрагмента *B* (*c*).



Рис. 7. Топография излома закаленной, затем обработанной УЗК Сг-Мп-N-стали после испытаний на ударный изгиб при –196°С: *а* — макрорельеф; *b* — микрорельеф фрагмента *A*; *с* — микрорельеф приповерхностного слоя фрагмента *B*.

снижает ее пластичность, но в то же время пластичность наноструктурированного слоя достаточно высока, $\sim 5\%$.

Исследование топографии поверхности разрушенных образцов выявило различие микромеханизмов разрушения приповерхностного нанодисперсного слоя, содержащего частицы CrN и Fe₂N, и остального сечения образца (рис. 5).

Приповерхностный слой с диспергированной структурой в высокоазотистой аустенитной Cr-Mn-N-стали при последующем деформировании при –196°C разрушается вязко. Измельчение структуры до наноразмерной уменьшает подвижность дислокаций, длину их свободного пробега, исключает протекание мартенситных превращений.

В остальном сечении образец разрушается хрупко. Излом имеет характерное слоистое строение. Ответственным за разрушение такого типа является ε-мартенсит с ГПУ решеткой [30,31] как результат TRIP-эффекта, реализующегося по дислокационному механизму [32].

2.3. Испытания при ударном изгибе

В нашей предыдущей работе [31] было показано, что в интервале температур от -114 до $+20^{\circ}$ С закаленная сталь разрушается вязко с образованием ямочного микрорельефа. При -196° С доминирующим механизмом



Рис. 8. Зависимость КСV от температуры испытаний Cr-Mn-N-стали после закалки *1* — от 1100°С [30] и 2 — после УЗК.

разрушения образцов в центральной части является хрупкое транскристаллитное разрушение сколом. Вблизи свободных поверхностей существует большая свобода для развития пластического течения материала [33], реализуется плоское напряженное состояние [34]. Под действием максимальных касательных напряжений под углом 45° образуются губы среза с ямочным рельефом, характерным для вязкого микромеханизма разрушения (рис. 6). Можно выделить переходную зону со смешанным хрупко-вязким микромеханизмом разрушения.

Деформационная обработка УЗК препятствует пластическому течению вблизи боковых граней образцов и тем самым влияет на характер напряженного состояния в этих зонах с изменением на близкий к плоской деформации. Об этом свидетельствует отсутствие вблизи свободных поверхностей, обработанных УЗК, губ среза и утяжки материала вблизи излома (рис. 7, а). Аналогичный результат был получен при испытаниях стали близкого состава на статическую трещиностойкость при -196° C [34]. Тем не менее (рис. 7, *b*, *c*) показывает, что микромеханизм разрушения приповерхностных слоев, упрочненных УЗК, вязкий. Ямочный излом с равноосными ямками свидетельствует о нормальных напряжениях отрыва. Толщина приповерхностного вязкоразрушенного слоя больше, чем на губах среза закаленной стали, и варьируется в пределах 200-300 µm. Виден отчетливый градиент на топографическом изображении излома при отсутствии переходного слоя со смешанным типом разрушения (рис. 7, b).

Вместе с тем наноструктурирование поверхностных слоев не повысило энергоемкость разрушения стали, что проявилось в снижении ее ударной вязкости. Уменьшение ударной вязкости КСV зафиксировано и при других температурах — -100 и -80°С (рис. 8).

Сравнение кривых ударного нагружения при температурах -110 и -80°C образцов без деформационной обработки и после обработки УЗК показало, что деформационная обработка способствует увеличению деформационного упрочнения (угла наклона восходящей ветви) и максимальной нагрузки на величину ΔF на стадии пластической деформации и зарождения магистральной трещины (рис. 9). При этом влияние УЗК на работу пластической деформации и зарождения трещины (площадь под восходящей ветвью) малозначительно и варьируется в одних образцах в сторону увеличения, в других — в сторону уменьшения. Наиболее значимо УЗК влияет на стадию распространения трещины, которая начинается в момент устойчивого снижения нагрузки при ударном изгибе. Снижение работы распространения трещины (площади под нисходящей ветвью кривой) свидетельствует о низкой динамической трещиностойкости стали [35], обработанной УЗК, при всех исследованных температурах. Низкой динамической трещиностойкостью обладают и другие материалы с ГЦК, ОЦК и ГПУ нанодисперсной структурой [35].

Энергоемкость зарождения магистральной трещины и ее распространение при криогенной температуре экстремально низкая в обоих случаях (рис. 9, c).

По нашему мнению, хрупкое транскристаллитное разрушение сколом и квазисколом высокоазотистых сталей обусловлено высоконапряженным состоянием, формирующимся при криогенной температуре вследствие уменьшения объема ГЦК решетки, при неизменной концентрации и величине радиуса атомов азота, внедренных в решетку. Внутренние напряжения увеличиваются при снижении температуры испытаний и достигают критических значений при –196°С. Релаксация напряжений при ударном нагружении идет без значимого включения дислокационных механизмов пластической деформации.

Вязкий ямочный излом приповерхностного слоя как при растяжении, так и при ударном изгибе при криогенной температуре формируется благодаря локальному снижению в этом слое внутренних напряжений изза выхода азота из позиций внедрения и образования нитридов в процессе УЗК. Это заключение согласуется с данными о повышении температуры вязко-хрупкого перехода при увеличении концентрации растворенного азота [6]. Наряду с наличием явного признака вязкости стали в виде ямочного излома, в приповерхностных слоях, обработанных УЗК, присутствуют и явные признаки хрупкости: отсутствие утяжки на боковых гранях Шарпи образцов и губ среза, практически полное отсутствие на диаграмме ударного изгиба области пластической деформации. Измельчение структуры интенсивным деформированием до предельно высокой степени формирует сильно дефектную структуру, в которой дислокационное скольжение затруднено. Упрочнение стали деформационной обработкой поверхности препятствует релаксационному процессу в процессе испытаний. Поэтому, несмотря на образование в части сечения ямочного излома, показатели пластичности и ударной вязкости снижаются.

Заключение

Исследования структуры и характера разрушения при криогенной температуре высокоазотистой нержавеющей Cr-Mn-N-стали, структура приповерхностных слоев которой измельчена интенсивным деформированием до наноразмерного уровня, показали следующее.

1. Деформационное старение с образованием нитридов CrN и Fe₂N в процессе интенсивной деформации (УЗК) приповерхностных слоев сопровождается уменьшением параметра решетки аустенита и является показателем снижения внутренних напряжений.

2. Предварительная УЗК подавляет мартенситные превращения при статическом растяжении, способствует увеличению деформационного упрочнения, предела текучести, не влияет на предел прочности и снижает пластичность.

3. Ударная вязкость стали, поверхностные слои которой упрочнены УЗК, ниже, чем после закалки от 1100°С.

4. При растяжении и ударном изгибе стали при криогенной температуре приповерхностные слои, обработанные УЗК, разрушаются вязко с образованием ямочного рельефа. Вязкий микромеханизм разрушения реализуется благодаря деформационному старению, способствующему снижению внутренних напряжений в ГЦК решетке



Рис. 9. Кривые ударного нагружения Cr-Mn-N-стали при -80 (*a*), -110 (*b*), -196°C (*c*) после закалки от 1100°C (*I*) и после УЗК (*2*).

из-за выхода азота из позиций внедрения и образования нитридов.

Благодарности

Структурные исследования проводились с использованием оборудования Красноярского регионального центра коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН. Фрактографические исследования выполнены на оборудовании ЦКП "Нанотех" ИФПМ СО РАН".

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-29-00438).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

7 Журнал технической физики, 2024, том 94, вып. 1

Список литературы

- В.В. Сагарадзе, А.И. Уваров. Упрочнение и свойства аустенитных сталей (РИО УрО РАН, Екатеринбург, 2013)
- [2] V.G. Gavriljuk, H. Berns. *High Nitrogen steels Structure, Properties, Applications* (Springer, Berlin, 1999)
- [3] J.-B. Yan, Y. Geng, P. Xie, J. Xie. Constr. Build. Mater., 343, 128122 (2022). DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2022.128122
- [4] N.R. Baddoo. J. Constr. Steel Res., 64 (11), 1199 (2008).
 DOI: 10.1016/j.jcsr.2008.07.011
- [5] P. Layus, P. Kah, J. Martikainen, M. Pirinen, E. Khlushova, A. Ilyin. In Proceed. XXIII Int. Conf. Offshore and Polar Engineering (Anchorage, 2013), p. 242. https://www.researchgate.net/publication/267450237
- [6] M. Tanaka, T. Onomoto, T. Tsuchiyama, K. Higashida. ISIJ Int., 52 (5), 915 (2012). DOI: 10.2355/isijinternational.52.915
- [7] M. Milititsky, D.K. Matlock, A. Regully, N. Dewispelaere, J. Penning, H. Hanninen. Mater. Sci. Eng.: A, 496, 189 (2008).
 DOI: 10.1016/j.m.sea.2008.05.022
- [8] M. Xu, J. Wang, C. Liu. Acta Metall. Sin., 47 (10), 1335 (2011). DOI: 10.3724/SPJ.1037.2011.00141

- [9] Y. Tomota, Y. Xia, K. Inoue. Acta Mater., 46 (5), 1577 (1998).
 DOI: 10.1016/S1359-6454(97)00350-9
- [10] B. Hwang, T.-H. Lee, S.-J. Park, Ch.-S. Oh, S.-J. Kim. Mater. Sci. Forum, 654–656, 158 (2010).
- DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.158 [11] B. Hwang, T.-H. Lee, S.-J. Kim. Proced. Eng., **10**, 409 (2011).
- DOI: 10.1016/j.proeng.2011.04.069
- [12] Y. Tomota, J. Nakano, Y. Xia, K. Inoue. Acta Mater., 46 (9), 3099 (1998). DOI: 10.1016/s1359-6454(98)00005-6
- [13] G. Sun, Yu. Zhang, S. Sun, J. Hu, Z. Jiang, C. Ji. Mater. Sci. Eng.: A, 662, 432 (2016). DOI: 10.1016/j.msea.2016.03.057
- [14] G. Sun, A. Yu, S. Sun, C. Ji, J. Hu, Z. Jiang, J. Lian. Mater. Sci. Tech., 33 (14), 1635 (2017).
 DOI: 10.1080/02670836.2017.1306012
- [15] S. Wang, K. Yang, Y. Shan, L. Li. Mater. Sci. Eng.: A, 490, 95 (2008). DOI: 10.1016/j.msea.2008.01.015
- [16] R.J. Ilola, H.E. Hänninen, K.M. Ullakko. ISIJ Int., 36 (7), 873 (1996). DOI: 10.2355/isijinternational.36.873
- [17] Ю.Р. Колобов. CC Манохин, ΒИ Бетехтин. AΓ M.B. Нарыкова, ΓВ Олиниова. Каломцев. Γ.B. Храмов. Письма в ЖТФ, 48 (2), 15 (2022).DOI: 10.21883/PJTF.2022.02.51913.19025 [Yu.R. Kolobov, SS Manokhin, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, G.V. Odintsova, G.V. Khramov. Tech. Phys. Lett., 48 (1), 56 (2022).
 - DOI: 10.21883/TPL.2022.01.52471.19025]
- [18] R.Z. Valiev, Yu. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zechetbauer, Yu.T. Zhu. JOM, 58 (4), 33 (2006). DOI: 10.1007/s11837-006-0213-7
- [19] J.W. Bae, P. Asghari-Rad, A. Amanov, H.S. Kim, Mater. Sci. Eng.: A, 826, 141966 (2021).
 DOI: 10.1016/j.msea.2021.141966
- [20] Г.В. Клевцов, Н.А. Клевцова, Р.З. Валиев, И.Н. Пигалева, О.А. Фролова. Вестник Тамбовского ун-та. Серия Естественные и технические науки, **21** (3), 772 (2016). DOI: 10.20310/1810-0198-2016-21-3-772-775
- [21] В.В. Сагарадзе, Н.В. Катаева, И.Г. Кабанова, С.В. Афанасьев, А.В. Павленко. ФММ, **121** (7), 750 (2020). DOI: 10.31857/S0015323020070098 [V.V. Sagaradze, N.V. Kataeva, I.G. Kabanova, S.V. Afanasev, A.V. Pavlenko. Phys. Met. Metallogr., **121** (7), 683 (2020). DOI: 10.1134/S0031918X20070091]
- [22] H.A. Наркевич, А.И. Толмачев, ИВ Власов. 117(3), H.C. ΦMM, 300 (2016).Сурикова. DOI: 10.7868/S0015323016030104 N.A. Narkevich. A.I. Tolmachev, I.V. Vlasov, N.S. Surikova. Phys. Met. Metallogr., 117 (3), 298 (2016). DOI: 10.1134/S0031918X16030108
- [23] N.A. Narkevich, E.E. Deryugin, O.B. Perevalova, I.V. Vlasov. Mater. Sci. Eng.: A, 834, 142590 (2022).
 DOI: 10.1016/j.msea.2021.142590
- [24] H.A. Наркевич, E.E. Дерюгин, И.В. Вла-ЖТФ, (2022). сов. Письма в 48 (9), 19 DOI: 10.21883/PJTF.2022.09.52445.19145 [N.A. Narkevich, E.E. Deryugin, I.V. Vlasov. Tech. Phys. Lett., 48 (5), 13 (2022). DOI: 10.21883/TPL.2022.05.53469.19145]
- [25] H.A. Наркевич, M.H. Волочаев, И.А. Шулепов, **123** (10), Ю.Ф. Гоморова. ΦMM, 1092 (2022).10.31857/S0015323022100333 DOI: N.A. Narkevich, M.N. Volochaev, I.A. Shulepov, Yu.F. Gomorova. Phys. Met. Metallogr., **123** (10), 1024 (2022). DOI: 10.1134/S0031918X22601007

- [26] V. Shabashov, K. Lyashkov, K. Kozlov, V. Zavalishin, A. Zamatovskii, N. Kataeva, V. Sagaradze, Yu. Ustyugov. Materials, 14, 7116 (2021). DOI: 10.3390/ma14237116
- [27] A.B. Макаров, C.H. Лучко, B.A. Шабашов, EΓ А.Л. Осинцева, Заматовский, Волкова. A.E. A.B. Литвинов, В.В. Сагарадзе. ФММ, 118 (1), 55 (2017). DOI: 10.7868/S0015323017010041 [A.V. Makarov, S.N. Luchko, V.A. Shabashov, E.G. Volkova, A.E. Zamatovskii, A.V. Litvinov, V.V. Sagaradze, A.L. Osintseva. Phys. Met. Metallogr., 118 (1), 52 (2017). DOI: 10.1134/S0031918X17010045
- [28] В.А. Шабашов, А.В. Макаров, К.А. Козлов, В.В. Сагарадзе, А.Е. Заматовский, Е.Г. Волкова, С.Н. Лучко. ФММ, **119**(2), 193 (2018). DOI: 10.7868/S0015323018020110 Shabashov, A.V. K.A. V.A. Makarov. Kozlov. V.V. A.E. Zamatovskii, Volkova, Sagaradze, E.G. S.N. Luchko. Phys. Met. Metallogr., 119 (2), 180 (2018). DOI: 10.1134/S0031918X18020096]
- [29] G.K. Williamson, W.H. Hall. Acta Metall., 1, 22 (1953).
 DOI: 10.1016/0001-6160(53)90006-6
- [30] N. Narkevich, Ye. Deryugin, Yu. Mironov. Metals, 11, 710 (2021). DOI: 10.3390/met11050710
- [31] N.A. Narkevich, I.V. Vlasov, M.N. Volochaev, Yu.F. Gomorova, Y.P. Mironov, S.V. Panin, F. Berto, P.V. Maksimov, E.E. Deryugin. Metals, 13, 95 (2023). DOI: 10.3390/met13010095
- [32] S. Martin, S. Wolf, U. Martin, L. Krüger, D. Rafaja. Metall. Mater. Trans. A, 47, 49 (2016).
 DOI: 10.1007/s11661-014-2684-4
- [33] Я.Б. Фридман. Механические испытания. Конструкционная прочность (в двух томах) (Машиностроение, М., 1974), т. 2.
- [34] Г.В. Клевцов, Л.Р. Ботвина, Н.А. Клевцова, Л.В. Лимарь. Фрактодиагностика разрушения металлических материалов и конструкций (МИСиС, М., 2007)
- [35] Г.В. Клевцов, Р.З. Валиев, Н.А. Клевцова, М.Р. Кашапов, М.В. Фесенюк, А.В. Ганеев, А.Г. Рааб. Фундаментальные исследования, **12** (2), 345 (2011).