

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу

Осинникова Егора Вячеславовича «Состояние границ зерен и зернограничная диффузия в Ni и Nb, подвергнутых интенсивной пластической деформации», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. – физика конденсированного состояния

Актуальность темы диссертации. Как известно, в последние годы большое внимание уделяется изучению материалов с нанокристаллической и субмикроструктурной структурой, полученных интенсивной пластической деформацией (ИПД). Имеются многочисленные экспериментальные данные, доказывающие эффективность применения ИПД для повышения комплекса свойств металлов и сплавов. Одной из ключевых особенностей ультрамелкозернистых материалов, полученных ИПД, является наличие деформационно-модифицированных (неравновесных) границ зерен, изучению которых в последние годы уделяется особое внимание. Но несмотря на это, в настоящее время отсутствует достаточное количество систематических и комплексных исследований, позволяющих всесторонне охарактеризовать состояние границ зерен в материалах, подвергнутых ИПД. Нет и единого мнения у исследователей в вопросе влияния неравновесных границ зерен на механические свойства материалов. В связи с этим диссертационная работа Е.В. Осинникова, посвященная комплексному исследованию состояния границ зерен в ультрамелкозернистых Ni и Nb, полученных методом кручения под высоким давлением, и их влиянию на зернограничную диффузию и прочностные свойства, является, безусловно, актуальной как с научной, так и с практической точек зрения.

Тематика работы соответствует приоритетным направлениям развития науки, технологий и техники в Российской Федерации, что подтверждается поддержкой данных исследований в рамках государственных научных программ и проектов РФФИ и РНФ.

Структура и содержание диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы из 171 источника, всего в диссертации 116 страниц текста, в том числе 57 рисунков и 20 таблиц.

Во введении работы обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследований, дана оценка достоверности, новизны полученных результатов, их научной и практической значимости, а также представлены положения, выносимые на защиту, описан личный вклад автора.

В первой главе дан обзор литературных данных по теме диссертационной работы. Представлено современное состояние исследований по влиянию интенсивной пластической

деформации на структуру, свойства и состояние границ зерен в металлах. В заключении главы сформулированы цель и задачи работы.

Во второй главе описаны материалы и основные методы, используемые в ходе проведения исследований, а именно: оптическая металлография, просвечивающая электронная и сканирующая туннельная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, послойный радиометрический анализ, дюрметрия и ядерная гамма-резонансная спектроскопия.

В третьей главе представлены результаты электронно-микроскопического исследования микроструктуры Ni и Nb, продеформированных методом кручения под высоким давлением (КВД). Установлены закономерности формирования структуры по радиусу образцов в зависимости от степени деформации КВД. Показано, что с увеличением степени деформации до 3-5 оборотов возрастает доля высокоугловых границ, значительная часть которых находится в неравновесном состоянии. Кроме того, приведены данные рентгенографического исследования, свидетельствующие о росте величины микродеформаций с увеличением степени деформации в исследованных металлах, а также о наличии слабо выраженных аксиальных текстур (с осями $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ в Ni и с осью $\langle 110 \rangle$ в Nb) после КВД, практически не зависящих от степени деформации.

В четвертой главе рассмотрены результаты исследования зернограницной диффузии Co в никеле и ниобии, как в крупнозернистых образцах после отжига с границами зерен рекристаллизационного происхождения, так и в ультрамелкозернистых (УМЗ), полученных интенсивной пластической деформацией. Получены температурные зависимости коэффициента зернограницной диффузии и тройного произведения, а также определены численные значения коэффициента сегрегации. Полученные параметры зернограницной диффузии для УМЗ Ni и Nb и характер их изменения в ходе диффузионных отжигов при различных температурах косвенно подтверждают неравновесность границ зерен после ИПД.

В пятой главе приведены результаты эмиссионных мессбауэровских исследований состояния границ зерен в крупнокристаллическом Nb, отожженном при температуре 850°C, и УМЗ Nb, полученном деформацией КВД на 5 оборотов. На основе мессбауэровских данных сделан вывод о протекании диффузии Co по границам зерен как в крупнокристаллическом, так и в УМЗ Nb по межузельному механизму. Показано, что границы зерен в УМЗ Nb имеют избыточный свободный объем, что свидетельствует об их неравновесном состоянии. Полученные методом мессбауэровской спектроскопии выводы о температуре отжига, выше которой в неравновесных границах зерен идут процессы возврата, приближающие их состояние к состоянию релаксированных границ зерен, подтверждают ранее сделанные выводы на основе температурной зависимости коэффициента зернограницной диффузии Co в УМЗ Nb. В данной главе с использованием сканирующей туннельной микроскопии и метода

измерения двугранного угла канавок химического травления проведено определение относительной энергии границ зерен в Ni и Nb, продеформированных КВД, и проанализировано влияние степени деформации на спектр энергий границ зерен. Также проведен анализ степени влияния неравновесных границ зерен на прочностные свойства Ni и Nb. На основе данных рентгенографического исследования и измерения твердости Ni и Nb, подвергнутых КВД, установлено, что неравновесные границы зерен, формирующиеся при интенсивной пластической деформации, дают относительно небольшой вклад в суммарное упрочнение, основной вклад дает измельчение зерна.

Завершают текст диссертации разделы Заключение, в котором сформулированы основные выводы по работе, Список опубликованных работ автора и Список цитируемой литературы.

Научная новизна, обоснованность и достоверность положений и выводов диссертации. Все научные положения и выводы диссертации обоснованы, подтверждены экспериментально, апробированы и опубликованы.

Достоверность результатов представленной работы определяется применением современных взаимодополняющих методов исследований с использованием метрологически аттестованного оборудования, применением современных методов обработки экспериментальных результатов, соответствием полученных результатов с данными, опубликованными в научной литературе.

Среди принципиально *новых результатов*, полученных Е.В. Осинниковым следует выделить следующие:

1. Экспериментально определены температурные зависимости коэффициентов зернограницной диффузии и сегрегации Со в крупнокристаллических и ультрамелкозернистых Ni и Nb, полученных кручением под высоким давлением.

2. На основании комплексных исследований показано, что границы зерен в УМЗ Ni и Nb, полученных ИПД, находятся в неравновесном состоянии, обладают существенно более высокой средней относительной энергией по сравнению с энергией релаксированных границ зерен в отожженных крупнозернистых аналогах.

3. Определены температурные интервалы существования неравновесных границ зерен в Ni и Nb, подвергнутых КВД.

4. Методом эмиссионной мессбауэровской спектроскопии установлено, что в ультрамелкозернистом Nb реализуется межузельный механизм зернограницной диффузии атомов Со.

5. Показано, что основным фактором упрочнения в УМЗ Ni и Nb является измельчение зерен, а не вклад микронапряжений, возникающих при КВД.

Научная и практическая значимость результатов работы, выполненной Е.В. Осинниковым, заключается в развитии физических представлений о процессах, происходящих в материалах при интенсивной пластической деформации, и их влиянии на свойства материалов. Полученные результаты будут способствовать дальнейшему развитию нанотехнологий и созданию новых материалов с уникальными свойствами.

Значимость и оригинальность полученных в работе результатов подтверждается их публикацией в реферируемых высокорейтинговых научных журналах, а также поддержкой проведённых исследований грантами РФФИ и РНФ.

Внутреннее единство структуры работы. Диссертация хорошо структурирована и имеет все необходимые разделы от литературного обзора, постановки цели и задач исследования, методов решения задачи до результатов эксперимента, их анализа, выводов и заключения. Диссертация и автореферат оформлены качественно в соответствии с требованиями ГОСТ. Содержание диссертации соответствует указанной специальности, а автореферат содержанию диссертации.

Публикации и апробация диссертационной работы. Результаты диссертации в необходимой степени апробированы и опубликованы. Автором опубликовано 7 научных статей в реферируемых научных российских и зарубежных журналах, рекомендованных ВАК РФ. Результаты исследований были представлены на 6 международных и российских научных конференциях.

По диссертационной работе имеются следующие вопросы и замечания:

1. Автору следовало обосновать, из каких соображений были выбраны материалы для исследований – никель и ниобий.
2. В диссертации автор приводит зависимость твердости никеля и ниобия от числа оборотов КВД. Возможно, более информативно выглядели бы графики твердости в зависимости от степени деформации, на которых бы наглядно был виден стадийный характер деформации.
3. При исследовании зернограницной диффузии в УМЗ никеле и ниобии были рассмотрены только образцы, полученные методом кручения под высоким давлением (КВД) на 5 оборотов. Дополнительно стоило бы провести аналогичные исследования при других степенях деформации.
4. Аналогичное замечание касается мессбауэровского исследования, которые также было бы интересно провести для УМЗ образцов, продеформированных с различной степенью деформации.
5. Имеются замечания по оформлению диссертации. Например, на стр. 96 при указании значения микронапряжений в образце никеля, продеформированного на 5 оборотов, не указана размерность. Имеются отдельные мелкие опечатки.

Указанные замечания не снижают ценности и общей высокой оценки рецензируемой работы.

Заключение. В целом, следует отметить, что диссертационная работа Е.В. Осинникова является завершённой научно-квалификационной работой, в которой комплексно исследовано состояние неравновесных границ зерен в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации. Работа соответствует пункту 1 (теоретическое и экспериментальное изучение физической природы и свойств металлов и их сплавов, неорганических и органических соединений, диэлектриков и, в том числе, материалов световодов как в твердом (кристаллы, поликристаллы), так и в аморфном состоянии в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления) и пункту 3 (изучение экспериментального состояния конденсированных веществ (сильное сжатие, ударные воздействия, изменение гравитационных полей, низкие и высокие температуры), фазовых переходов в них и их фазовые диаграммы состояния) Паспорта специальности 1.3.8. – физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа «Состояние границ зерен и зернограничная диффузия в Ni и Nb, подвергнутых интенсивной пластической деформации» полностью соответствует критериям ВАК РФ, определённым п.п. 9 – 14 «Положения о присуждении учёных степеней» к работам на соискание учёной степени кандидата наук, а её автор Осинников Егор Вячеславович заслуживает присуждения ему учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. – физика конденсированного состояния.

Старший научный сотрудник
лаборатории пучковых воздействий
Федерального государственного
бюджетного учреждения науки
Института электрофизики УрО РАН,
кандидат физ.-мат. наук
«06» 10 2023 г.

Н.В. Гущина

Почтовый адрес: 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106
Тел: +7(343)267-87-84, +7(904)54-64-247
e-mail: guschina@ier.uran.ru, guscha@rambler.ru

Подпись Гущиной Натальи Викторовны
заверяю, ученый секретарь института,
кандидат физ.-мат. наук

Е.Е. Кокорина

С отзывом
10.10.2023
Осинников Е.В.

Сведения об официальном оппоненте

по диссертации Осинникова Егора Вячеславовича «Состояние границ зерен и зернограничная диффузия в Ni и Nb, подвергнутых интенсивной пластической деформации», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности

1.3.8. – физика конденсированного состояния

Фамилия, имя, отчество	Гущина Наталья Викторовна
Гражданство	РФ
Ученая степень	Кандидат физико-математических наук
Ученое звание	
Наименование отрасли науки и специальности, по которой защищена диссертация	01.04.07 – Физика конденсированного состояния; 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов
Место работы:	
Полное наименование организации в соответствии с уставом	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук
Сокращенное наименование организации в соответствии с уставом	ИЭФ УрО РАН
Почтовый адрес, индекс организации	620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106
Адрес официального сайта в сети «Интернет»	http://iep.uran.ru
Должность	Старший научный сотрудник
Структурное подразделение	Лаборатория пучковых воздействий
Телефон	(343) 267-87-84, +7(904)54-64-247
Адрес электронной почты	guschina@iep.uran.ru ; guscha@rambler.ru
Список основных публикаций за последние пять лет по теме диссертации (не более 15 публикаций):	
1. Гущина Н. В., Овчинников В. В., Махинько Ф. Ф., Кайгородова Л. И., Распосиенко Д. Ю. Влияние мегапластической деформации и последующего ионного облучения на структуру сплава Al-Li-Cu-Mg // Известия вузов. Физика. 2018. Т. 61. № 8/2. С.	

- 146-150.
2. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V., Makhin'ko F.F., Kaigorodova L.I., Rasposienko D.Y. The effect of ion irradiation (Ar^+ , $E = 10$ keV) on the nanocrystalline structure and the aging of the Al-Li-Cu-Zn-Mg-Zr-Sc alloy after megaplastic deformation // Journal of Physics: Conference Series. 2019. V. 1281. № 012026.
 3. Овчинников В.В., Макаров Е.В., Гущина Н.В. Образование аустенита в альфа-сплаве Fe-6,29 % Mn после холодной пластической деформации в условиях быстрого нагрева пучком ионов Ar^+ до 299 С // ФММ. 2019. Т 120. № 12. С. 1307-1313.
 4. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V., Makhin'ko F.F., Kaigorodova L.I., Rasposienko D.Yu. Effect of Irradiation and Subsequent Aging on the Structure of a B-1461 Alloy of the Al-Cu-Li-Zn System after Megaplastic Deformation // Journal of Physics: Conference Series. 2019. V. 1393. 012087.
 5. Березовская В.В., Саврай Р.А., Маслова О.В., Гущина Н.В., Овчинников В.В. Эффект облучения поверхности ионами аргона при замедленном разрушении мартенситостаряющей стали // ФММ. 2020. Т. 121. № 3. С. 330-336.
 6. Ghyngazov S.A., Kostenko V., Ovchinnikov V.V., Gushchina N.V., Makhinko F.F. Surface modification of $ZrO_2-3Y_2O_3$ ceramics with continuous Ar^+ ion beams // Surface and Coatings Technology. 2020. V. 388. № 125598.
 7. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V., Mozharovsky S.M., Kaigorodova L.I. Restoration of plasticity of cold-deformed aluminium alloy by short-term irradiation with accelerated Ar^+ ions // Surface and Coatings Technology. 2020. V. 389. № 125504.
 8. Гущина Н.В., Шаломов К.В., Овчинников В.В., Банникова Н.С., Миляев М.А. Радиационная стабильность сверхрешеток Fe/Cr и CoFe/Cu при их облучении ионами аргона ($E=10$ кэВ) // ФММ. 2020. Т. 121. № 12. С. 1271–1277.
 9. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V., Makhin'ko F.F., Kaigorodova L.I., Rasposienko D.Y. Microstructure of 1469 aluminum alloy after severe plastic deformation and ion irradiation // Journal of Physics: Conference Series 2020. V. 1713. 012019.
 10. Ovchinnikov V.V., Makarov E.V., Gushchina N.V. Structural-and-Phase Transformations in Fe-4.10 and 7.25 at. % Mn Alloys under Intensity External Actions // Metals. 2021. Vol. 11. № 11. № article 1667. P. 1-12.
 11. Гущина Н.В., Воронин В.И., Проскурнина Н.В., Бобровский В.И., Шаломов К.В., Овчинников В.В. Воздействие ионного облучения (Ar^+ , $E = 15-20$ кэВ) на микроструктуру деформированного сплава Ni – 13,9 мас. % W // Известия вузов. Физика. 2022. Т. 65. № 1. С. 112-118.
 12. Ovchinnikov V.V., Makarov E.V., Semionkin V.A., Gushchina N.V. Formation of manganese-enriched austenite at abnormally low temperatures for diffusion type processes at “cascade radiation shaking” of Fe–6.35 at.% Mn alloy with accelerated Ar^+ ($E = 15$ keV) ions // Vacuum. 2022. Vol. 201. № article 111040. P. 1-10.

Ученый секретарь ИЭФ УрО РАН,

кандидат физ.-мат. наук

Е.Е. Кокорина