

УТВЕРЖДАЮ
Директор ИМАШ УрО РАН,
доктор технических наук
Л. Швейкин
« 14 » 09 2023 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу
Осинникова Егора Вячеславовича «Состояние границ зерен и зернограницная
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

Актуальность темы диссертации Осинникова Е.В. обусловлена значительным интересом, который вызывают металлы и сплавы с ультрамелкозернистой структурой, полученные интенсивной пластической деформацией. Такие материалы проявляют комплекс уникальных свойств (высокая прочность и пластичность), обусловленных малым размером зерен, границы которых находятся в деформационно-модифицированном (неравновесном) состоянии. Хотя представление о неравновесных границах зерен появилось более 30 лет тому назад, их природа по-прежнему остается предметом дискуссий. Не вызывает сомнений, что неравновесные границы зерен характеризуются избыточным свободным объемом, повышенной плотностью дислокаций и дальнедействующими полями упругих напряжений. Однако остается неясным как такого рода особенности структуры границ зерен приводят к существенному изменению механических и физических свойств ультрамелкозернистых материалов. Поэтому диссертационная работа, посвященная исследованию структуры границ зерен в ультрамелкозернистых Ni и Nb и их влиянию на прочностные свойства и зернограницную диффузию, является, несомненно, важной и актуальной. Исходя из вышесказанного, в настоящей работе была поставлена задача: на примере Ni и Nb, имеющих ГЦК и ОЦК кристаллическую решетку, соответственно, деформированных кручением под высоким давлением, выполнить всестороннее исследование влияния интенсивной пластической деформации на структуру, свойства и состояние границ зерен, а также оценить степень влияния состояния границ зерен на уровень внутренних напряжений.

Структура и основное содержание работы

Диссертация Осинникова Е.В. включает в себя введение, пять глав, общие выводы, список цитируемой литературы из 171 наименования, изложена на 116 страницах, содержит 57 рисунков и 20 таблиц. Информация, приведенная в автореферате, соответствует основному содержанию диссертации и дает полное представление об ее научных положениях, результатах и основных выводах.

По материалам диссертации опубликовано 7 работ из списка ВАК. Материал диссертации неоднократно докладывался на международных и российских научных конференциях.

Во введении обоснована актуальность темы исследования, поставлена цель работы и сформулированы ее задачи, описана научная и практическая значимость полученных результатов, приведены основные положения, выносимые на защиту и данные о личном вкладе автора.

В первой главе диссертации приведен анализ научной литературы по влиянию интенсивной пластической деформации на структуру, свойства и состояние границ зерен в металлах. Показано, что до сих пор не было проведено комплексного исследования состояния неравновесных границ зерен, образовавшихся в процессе интенсивной пластической деформации, а использовались лишь отдельные методики для оценки состояния деформационно-модифицированных границ зерен.

Во второй главе описаны материалы и основные методики, используемые для комплексной оценки состояния неравновесных границ зерен. Данные методики включают в себя оптическую металлографию, просвечивающую электронную микроскопию, послыйный радиометрический анализ, ядерную гамма-резонансную спектроскопию, сканирующую туннельную микроскопию, рентгеноструктурный анализ и дюрOMETрию.

В третьей главе диссертационной работы приводятся основные результаты, полученные на основании просвечивающей электронной микроскопии. Установлено, что с увеличением числа оборотов при кручении уменьшается неоднородность структуры Ni и Nb, и происходит переход к субмикроструктурному строению. Согласно данным, полученным на основании просвечивающей электронной микроскопии при малых степенях деформации, как в случае Ni, так и в случае Nb большинство границ зерен выглядят как тонкие и прямые линии. С увеличением степени деформации происходит изменение состояния границ зерен – они становятся неровными и искривленными, а на некоторых присутствуют зубцы и ступеньки, что позволяет предположить, что границы находятся в неравновесном состоянии.

В четвертой главе проведено исследование зернограничной диффузии в поликристаллических и ультрамелкозернистых Ni и Nb. На основании проведенных исследований были получены соответствующие температурные зависимости коэффициента зернограничной диффузии, определены численные значения коэффициента сегрегации. При исследовании зернограничной диффузии в продеформированных материалах установлено, что с увеличением температуры отжига в Ni свыше 200°C происходит уменьшение коэффициента зернограничной диффузии, и численные значения коэффициентов диффузии приближаются к значениям, полученным при исследовании диффузии в крупнозернистом Ni. Аналогичная тенденция наблюдалась и при исследовании зернограничной диффузии ^{57}Co в Nb. При температуре свыше 450°C фиксируются отклонения от закона Аррениуса, и начиная с этой температуры наблюдается приближение значений коэффициента зернограничной диффузии в продеформированном образце к значениям коэффициента зернограничной диффузии в крупнозернистом Nb, что связано с изменением состояния границ зерен при этой температуре, вследствие начала процессов возврата в ГЗ. При температуре 500°C эти отклонения еще более значительны. Коэффициент зернограничной диффузии при данной температуре даже ниже, чем при более низкой температуре 450°C.

В пятой главе исследовано состояние границ зерен в Ni и Nb, подвергнутых интенсивной пластической деформации, методами эмиссионной мессбауэровской спектроскопии и сканирующей туннельной микроскопии. По результатам исследований методом ядерной гамма-резонансной спектроскопии видно, что при всех температурах отжига в образцах Nb присутствуют 2 компонента спектра, одна из которых соответствует атомам ^{57}Co , расположенным в границах зерен, а другая – атомам, расположенным в приграничных областях кристаллитов. Исходя из того, что размер атомов Co меньше чем размер атомов Nb, можно ожидать, что зернограничная диффузия ^{57}Co будет протекать по межузельному механизму, а значения величин изомерного сдвига доказывают, что диффузия ^{57}Co , как в поликристаллическом, так и в ультрамелкозернистом Nb протекает по межузельному механизму. Также в представленной диссертационной работе имеются данные, полученные в результате исследования состояния границ зерен методом сканирующей туннельной микроскопии. Установлено, что с увеличением степени деформации происходит увеличение средней относительной энергии на границе зерен, что говорит о формировании неравновесных границ зерен, как в Ni, так и в Nb. Также была построена зависимость Холла-Петча, на основании которой можно сделать вывод о том, что основным фактором упрочения для ультрамелкозернистых Ni и Nb является измельчение зерна. На основании рентгенографических исследований были

вычислены величины микронапряжений, на основании которых было установлено, что неравновесные границы зерен, формирующиеся при интенсивной пластической деформации, дают относительно небольшой вклад в суммарное упрочнение.

В заключении перечислены основные выводы по диссертационной работе.

В целом диссертация обладает внутренним единством и показывает, что в ходе проведенных исследований не только получен ряд интересных результатов, но и создан задел на будущее.

Научная новизна результатов диссертационной работы

Среди новых результатов по работе следует особо отметить:

1. Определение относительной энергии границ зерен в материалах с различной степенью деформации. Установлено, что средняя относительная энергия неравновесных границ зерен в Ni и Nb существенно выше энергии релаксированных границ зерен в соответствующих отожженных материалах.
2. Анализ влияния степени деформации на спектр энергий границ зерен. Показано, что как в Ni, так и в Nb, доля границ с высокой относительной энергией увеличивается с ростом степени деформации.
3. Обоснование температур, выше которых в неравновесных границах зерен идут процессы возврата, приближающие их состояние к состоянию релаксированных границ зерен.
4. Результаты мессбауэровских исследований, свидетельствующих о том, что атомы Со находятся в межузельных позициях в границах зерен в Nb.

Достоверность результатов и обоснованность выводов

Достоверность полученных результатов обеспечивается их устойчивой воспроизводимостью с использованием метрологически аттестованного оборудования и апробированных методик, применением разнообразных современных взаимодополняющих методов исследования. Использованный в работе комплексный подход позволил получить результаты, не только отвечающие современным научным представлениям, но и развивающие их. Публикации в российских и высокорейтинговых зарубежных журналах подтверждают значимость проведенного исследования и важность полученных результатов.

Практическая значимость результатов работы

Получена систематическая информация о процессах, определяющих структурное состояние ультрамелкозернистых материалов, что способствует созданию новых

материалов с уникальными свойствами. В частности, исследование структурных и энергетических характеристик неравновесных границ зерен в Ni и Nb позволило проанализировать их влияние на свойства и определить параметры зернограницной диффузии, которые являются важными с точки зрения описания диффузионно-контролируемых процессов при термической обработке.

Вопросы и замечания по диссертационной работе:

1. Недостаточно обоснована актуальность работы. Почему для исследований выбраны именно Ni и Nb, а не какие-то другие металлы? Где конкретно используются чистый никель и ниобий после интенсивной пластической деформации?
2. Пункт 3 научной новизны совпадает с пунктом 1 положений, выносимых на защиту, а пункт 4 научной новизны – с пунктом 5 вышеуказанных положений.
3. Зачем проведены исследования текстуры? Как они помогли решить поставленные задачи? Какие выводы можно сделать из этих исследований?
4. Почему ограничились только определением микроискажений кристаллических решеток Ni и Nb? Можно было рассчитать микро- и макронапряжения. Если обнаружены текстуры, то очевидно микро- и макронапряжения в разных кристаллографических направлениях будут отличаться.
5. В тексте диссертации одними и теми же буквами обозначены разные величины. Например, буквой D обозначены размер зёрен, ОКР, диагональ отпечатка, коэффициент диффузии, а на стр. 58 размер ОКР обозначен и D, и d. Буквой P обозначены нагрузка на индентор и тройное произведение, β – полуширина рентгеновских линий и параметры зернограницной диффузии.

Указанные замечания не затрагивают общих выводов, а также не снижают общей положительной оценки рецензируемой работы. Следует отметить, что диссертация Осинникова Егора Вячеславовича является законченной научно-исследовательской работой, вносящей существенный вклад в решение научной проблемы, связанной с исследованием состояния неравновесных границ зерен в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации. Работа соответствует пункту 1 «Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы и свойств неорганических и органических соединений как в кристаллическом (моно- и поликристаллы), так и в аморфном состоянии, в том числе композитов и гетероструктур, в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления» и пункту 3 «Теоретическое и

экспериментальное изучение свойств конденсированных веществ в экстремальном состоянии (сильное сжатие, ударные воздействия, сильные магнитные поля, изменение гравитационных полей, низкие и высокие температуры), фазовых переходов в них и их фазовых диаграмм состояния» Паспорта специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Заключение (выводы работе)

Диссертационная работа Е.В. Осинникова обладает внутренним единством и является законченной научно-квалификационной работой. Комплексными методами исследовано состояние неравновесных границ зерен. Результаты диссертации могут быть использованы для дальнейших исследований.

Автореферат полностью и правильно отражает основные результаты диссертационной работы.

Диссертационная работа «Состояние границ зерен и зернограничная диффузия в Ni и Nb, подвергнутых интенсивной пластической деформации» полностью соответствует критериям ВАК РФ, определенным 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 ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа Е.В. Осинникова, автореферат и отзыв обсуждены и одобрены на научно-техническом семинаре Отдела физических проблем машиностроения ИМАШ УрО РАН (лаборатории: конструкционного материаловедения, деформирования и разрушения, микромеханики материалов, технической диагностики), протокол № 268 от 14 сентября 2023 г.

Председатель научно-технического семинара
Отдела физических проблем машиностроения ИМАШ УрО РАН,
доктор технических наук, старший научный сотрудник

С.В. Смирнов

Главный научный сотрудник лаб. микромеханики материалов
ИМАШ УрО РАН, доктор технических наук, доцент

Н.Б. Пугачева

Подписи Смирнова С.В. и Пугачевой Н.Б. заверяю
Ученый секретарь ИМАШ УрО РАН, к.ф.-м.н.

В.В. Привалова

С. Отзывом ознакомлен
25.09.2023 Осинников Е.В.



Сведения о ведущей организации

Полное наименование: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова Уральского отделения Российской
академии наук

Краткое наименование: ИМАШ УрО РАН

Почтовый адрес: 620049 г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34

Тел.: (343) 374-47-25

E-mail: ges@imach.uran.ru

<https://www.imach.uran.ru/>

Основные научные направления

1. Механика деформируемых тел, перспективных материалов и технологий, конструкций и сооружений.
2. Автоматизированные системы измерения, неразрушающего контроля материалов и диагностики ресурса машин.
3. Создание основ алгоритмического, программного и аппаратного обеспечения систем автоматического управления сложными объектами.
4. Механика и процессы управления транспортных и тяговых машин.

Публикации в сфере исследований, которым посвящена диссертация

1. Pugacheva N., Kryuchkov D., Bykova T., Vichuzhanin D. Studying the Plastic Deformation of Cu-Ti-C-B Composites in a Favorable Stress State // *Materials*. 2023. Vol. 16. Iss. 8. P. 320. DOI: 10.3390/ma16083204.
2. N.B. Pugacheva, A.M. Orishich, E.G. Volkova, A.V. Makarov, E.I. Senaeva, A.G. Malikov. Role of ultra-fine intermetallic particles and martensite in strengthening of AISI 321/Cu/Ti laser welded joint // *Material Characterization* 185 (2022) 111702. DOI:10.1016/j.matchar.2021.111702.
3. N.B. Pugacheva, I.A. Veretennikova, Tu.V. Khalevitsky, E.O. Smirnova. Numerical simulation of elastic-plastic deformation of AISI 321/Cu/Ti laser welded joint under tension and compression // *Material Characterization* 189 (2022) 111984. DOI:10.1016/j.matchar.2022.111984.
4. Сергеев С.Н. Сафаров И.М. Галеев Р.М. Гладковский С.В. Повышение прочности и хладостойкости низкоуглеродистой стали 12ГБА деформационно-термическим воздействием // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2022. № 6(804). С. 3-9. [10.30906/mitom.2022.6.3-9].

5. Пугачева Н.Б. Задворкин С.М. Мичуров Н.С. EBSD-анализ полученного лазером сварного соединения аустенитной Cr–Ni стали // Физика металлов и металловедение. 2022. Т. 123. № 8. С. 844–850. [10.31857/S0015323022080083].
6. Пугачева Н.Б., Крючков Д.И., Нестеренко А.В., Смирнов С.В., Швейкин В.П. Исследование кратковременной высокотемпературной ползучести алюмоматричного композита Al-6Zn-2.5Mg-1Cu/10SiCp // Физика металлов и металловедение. 2021. Т. 122. № 8. С. 838–844. DOI: 10.31857/S0015323021080118.
7. Крючков Д.И., Нестеренко А.В., Смирнов С.В., Пугачева Н.Б., Вичужанин Д.И., Быкова Т.М. Влияние всестороннейковки в условиях кратковременной ползучести на структуру и механические свойства алюмоматричного композита Al7075/10SiCp // Физика металлов и металловедение. 2021. Т. 122. № 10. С. 1054-1064. DOI: 10.31857/S0015323021100065.
8. Гладковский С.В. Волков В.П. Салихьянов Д.Р. Веселова В.Е. Пацелов А.М. Реологическое поведение сплава VT23 при деформировании в широком интервале температур // Деформация и разрушение материалов. 2020. № 5. С. 18-21. DOI: 10.31044/1814-4632-2020-5-18-21.

Сведения об организации верны

14.09.2023

уч. сеп. Швейкина В.В.

В