

ОТЗЫВ

официального оппонента Соловьевой Юлии Владимировны на диссертационную работу Козловой Танзили Вакильевны «Перераспределение избыточного объема и связанной с ним энергии при низкотемпературном отжиге ультрамелкозернистого никеля и меди», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. (01.04.07) – физика конденсированного состояния

Актуальность работы. Ультрамелкозернистые (УМЗ) и нанокристаллические материалы, полученные методами интенсивной пластической деформации (ИПД), обладают особыми физическими свойствами, которые имеют непосредственный практический интерес. Однако структура таких материалов является метастабильной вследствие избыточной энергии, запасенной в виде высокой концентрации дефектов, таких как вакансии, дислокации и границы разнообразного типа. Это обуславливает их низкую термическую стабильность и склонность к рекристаллизации при достаточно низких температурах. Поэтому исследование закономерностей эволюции структуры УМЗ материалов, полученных методами ИПД, в процессе низкотемпературного отжига представляет как научный, так и практический интерес. Несмотря на большое число работ в этой области, многие детали механизмов формирования структуры при низкотемпературном отжиге остаются не ясными. Одной из причин такого положения является недостаток количественных данных о перераспределении энергии между различными структурными составляющими гетерогенной среды. В связи с этим, исследование закономерностей эволюции структуры УМЗ материалов при отжиге сохраняют свою актуальность.

Анализ содержания диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы из 115 источников. В работе 131 страница, в том числе 39 рисунков и 3 таблицы.

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулирована цель и поставлены задачи работы, определена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, выдвинуты положения, выносимые на защиту.

Первая глава посвящена анализу литературных данных, касающихся формирования структуры и особенностей отжига чистых металлов после интенсивной пластической деформации. Проведен обзор работ по исследованию дефектов вакансионного типа в чистых ультрамелкозернистых металлах методами позитронной аннигиляционной спектроскопии. Отдельный раздел посвящен анализу прямых и косвенных методов оценки энергии границ зерен. Особое внимание уделяется методу оценки относительной энергии границ путем измерения двугранного угла у основания зернограничной канавки травления.

Во второй главе обоснован выбор материалов исследования. Представлены методики оценки размеров элементов зеренно-субзеренной структуры и энергии границ зерен разнообразного типа с помощью сканирующей туннельной микроскопии. Описаны методы измерения спектров времени жизни позитронов и доплеровского уширения аннигиляционной линии.

В третьей главе представлены результаты исследования структуры УМЗ никеля и меди после равноканального углового прессования и прокатки, а также после отжигов при различной температуре. С помощью сканирующей туннельной микроскопии проведены оценки размеров элементов зеренно-субзеренной структуры на разных масштабных уровнях. Выявлены два конкурирующих процесса с ростом температуры отжига – рост размеров элементов зеренно-субзеренной структуры на меньшем масштабном уровне, связанный с



коалесценцией субзерен и рассыпанием малоугловых границ, и измельчение структуры на более высоком масштабном уровне вследствие формирования большеугловых границ внутри исходных вытянутых зерен.

Методом измерения угла зернограницной канавки проведена оценка энергии границ зеренно-субзеренной структуры исследуемых материалов. По изменению формы интегральных функций распределения проанализировано перераспределение энергии между границами разного типа при отжиге УМЗ никеля и меди. Сравнительный анализ интегральных функций распределения энергии границ для никеля и меди после низкотемпературного отжига позволил выявить различия процессов эволюции структуры, связанные с разными температурами плавления и энергиями дефекта упаковки двух металлов.

В **четвертой главе** исследованы закономерности отжига дефектов вакансионного типа с помощью позитронной аннигиляционной спектроскопии. Установлено, что в образцах меди и никеля после равноканального углового прессования и прокатки основными дефектами, захватывающими позитроны, являются малоугловые границы и вакансионные кластеры, включающие до 9 вакансий. Проведены оценки концентрации вакансий в УМЗ никеле и меди и запасенного в них объема. Установлено, что низкотемпературный отжиг никеля приводит к уменьшению размеров вакансионных кластеров, а меди – к значительному снижению их концентрации. Поскольку ближайшими стоками вакансий в меди и никеле являются малоугловые границы, полученные результаты свидетельствуют о перераспределении связанного с вакансионными кластерами избыточного объема в малоугловые границы. Показано, что избыточный объем при низкотемпературном отжиге ультрамелкозернистых материалов не высвобождается, а перераспределяется между дефектами различной размерности.

В **заключении** представлены основные выводы работы.

Обоснованность научных положений и выводов, сформулированных в диссертационной работе Козловой Т.В., подтверждается большим количеством результатов, полученных современными методами исследования на сертифицированном оборудовании.

Достоверность результатов обеспечивается комплексным подходом к решению поставленных задач с использованием современных экспериментальных методов, систематическим характером экспериментальных исследований и их статистической обработки, согласием полученных результатов с помощью различных методов и с литературными данными других авторов.

Научная новизна. В результате проведенного комплекса исследований впервые

1. С помощью сканирующей туннельной микроскопии выявлены два конкурирующих процесса: измельчение структуры на более высоком масштабном уровне ($100\text{нм} < d < 500\text{нм}$) и огрубление структуры на более низком масштабном уровне ($d < 100\text{нм}$) в УМЗ меди и никеле.
2. Показано, что преимущественными центрами захвата позитронов в никеле и меди, полученных методом равноканального углового прессования и последующей прокатки, являются дислокации и небольшие вакансионные кластеры размерами $\sim 2 - 9$ вакансий, которые сохраняются в структуре после низкотемпературного отжига.
3. На основе совместного анализа данных сканирующей туннельной микроскопии и позитронной аннигиляции показано, что изменение избыточного объема за счет удаления малоугловых границ при отжиге меди и никеля на три порядка превышает соответствующую величину объема, запасенного в вакансионных кластерах.

4. Методом измерения двугранного угла зернограничной канавки травления с помощью сканирующей туннельной микроскопии показано, что границы зерен в никеле и меди после равноканального углового прессования и последующей прокатки являются неравновесными.
5. Показано, что вид интегральной функции распределения относительной энергии границ зеренно-субзеренной структуры меди и никеля принципиально отличается. Эти отличия обусловлены характером структур, формирующихся в исследуемых материалах при ИПД, которые, в свою очередь, связаны с разными энергиями дефекта упаковки и температурами плавления двух металлов.

Теоретическая значимость работы. В работе выполнены оценки избыточного объема, запасенного в малоугловых границах и вакансионных кластерах, в чистых меди и никеле после равноканального углового прессования и последующей прокатки. Оценки могут быть использованы при моделировании процессов, происходящих в структуре чистых металлов, полученных методами интенсивной пластической деформации, на стадии возврата. С помощью метода позитронной аннигиляции установлено, что концентрация вакансионных кластеров в ультрамелкозернистых никеле и меди составляет $\sim 10^{-5}$. Высокая концентрация и стабильность вакансионных кластеров после низкотемпературного отжига никеля и меди, полученных равноканальным угловым прессованием и последующей прокаткой, может являться причиной их низкой пластичности, что необходимо учитывать при измельчении структуры простых металлов методами интенсивной пластической деформации.

Практическая значимость работы. Развитый в работе метод оценки энергии неравновесных границ в зеренно-субзеренной структуре чистых металлов в настоящее время адаптирован и успешно используется для оценки энергии межфазных границ конструкционных сталей и функциональных материалов.

Автореферат диссертации полностью соответствует содержанию диссертации.

По диссертационной работе Козловой Т.В. можно сделать следующие замечания:

1. Вызывает сомнение трактовка СТМ изображений элементов поверхности, имеющих размер менее 100 нм, как фрагментов субструктуры. Необходимо сравнение с данными просвечивающей электронной микроскопии. Хорошо известно, что при мегапластических деформациях чистого никеля, получаемых методом кручения под давлением в наковальнях Бриджмена (до десяти оборотов наковален) не удается получить средний размер фрагментов менее 120-170 нм. Отсутствует прямое сопоставление с литературными данными, в частности с работой «О предельных минимальных размерах зерен, формирующихся в металлических материалах, полученных при деформации кручением под давлением», авторы А.В. Корзников, А.Н. Тюменцев, И. А. Дитенберг, ФММ, 2008 г. Следует заметить, что структуры поверхности не всегда соответствуют внутренней структуре материала.
2. В тексте, в подрисуночных подписях в диссертации, и в автореферате во многих случаях гомологическая температура обозначается символом T , опускается слово «гомологическая».
3. В Положении 3 работы указывается маршрут РКУП прессования Вс4, при этом в тексте диссертации не приводится его описания.
4. В ссылке на работу под номером 32 приведены две публикации одновременно.
5. Отсутствует информация об исходных материалах: не указывается марка, степень чистоты, зернистость.
6. Термин «плотность дислокаций» неверно заменяется термином «концентрация дислокаций».

Все вышеуказанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации. Работа Козловой Т.В. является законченным научным исследованием,

выполненным на актуальную тему. Количество и качество публикаций соответствует требованиям ВАК. По содержанию, объему, новизне, теоретической и практической значимости работа соответствует всем требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор Козлова Т.В. заслуживает присуждения степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. (01.04.07) – Физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент

заведующий кафедрой физики, химии и теоретической механики

ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурно-строительный университет»,

доктор физико-математических наук. (специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния), доцент,

(634003, г. Томск, пл. Соляная 2, (3822)654265, j_sol@mail.ru)

На обработку персональных данных согласна.



Соловьева Юлия Владимировна

« 24 » августа 2021г.

Адрес организации:

634003, г. Томск, пл. Соляная, 2

Федеральное государственное бюджетное

образовательное учреждение высшего

образования «Томский государственный

архитектурно-строительный университет»

Тел: +7(3822)653930

e-mail: rector@tsuab.ru

Подпись Ю.В. Соловьевой заверяю

Проректор по научной работе ФГБОУ ВО ТГАСУ

к.т.н.



Павел Александрович Елугачев