

«Институт механики сплошных сред Уральского
отделения
Российской академии наук»
- филиал Федерального государственного
бюджетного учреждения науки Пермского
федерального исследовательского центра
Уральского отделения Российской академии наук
(ИМСС УрО РАН)

614013, г.Пермь, ул.Академика Королева, д.1.
Телефон, факс (3422) 37-84-61, (3422) 37-84-87

E-mail: mvp@icmm.ru

ОКПО 15727771, ОГРН 1025900517378.

ИНН/КПП 5902292103/590243001

26.08.2021 № 334/01-М 91

На № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИМСС УрО РАН

д-р техн. наук, профессор,

академик РАН

В. П. Матвеев



Матвеев В.П.

августа 2021 г.

[Отзыв ведущей организации]

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

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 темы выполненной диссертации.

Диссертационная работа Козловой Т.В. посвящена изучению особенностей отжига ультрамелкозернистых (УМЗ) чистых металлов, полученных методом интенсивной пластической деформации. Широко известно, что структура УМЗ материалов является метастабильной вследствие большой избыточной энергии, накопленной в виде дефектов различной размерности. Эта избыточная энергия играет важную роль в пластичности и прочности материалов с измельченной структурой. С одной стороны, избыточная энергия приводит к уменьшению их пластичности, что создает проблему для их дальнейшей обработки при изготовлении деталей. С другой стороны, она ведет к понижению температуры рекристаллизации УМЗ материалов, поэтому они склонны к огрублению структуры уже при относительно низких температурах. Кроме того, для каждого типа дефекта характерен определенный избыточный объем по сравнению с совершенной решеткой. Актуальность диссертационной работы заключается в комплексной оценке энергии и избыточного объема, запасенных в дефектах различной размерности, и исследование их перераспределения при низкотемпературном отжиге.

Для решения поставленных задач в работе использован комплекс современных методов исследования, таких как оптическая, сканирующая туннельная микроскопия, позитронная аннигиляционная спектроскопия, а именно анализ спектров времени жизни позитронов и доплеровского уширения аннигиляционной линии. Это позволило получить ряд



принципиально новых результатов, свидетельствующих о многоуровневом характере процессов эволюции структуры УМЗ материалов.

Структура и содержание диссертации.

Диссертационная работа 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, степень ее разработанности, поставлена цель, сформулированы научная новизна, теоретическая и практическая значимость, изложены положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен обзор литературы, касающийся особенностей отжига ультрамелкозернистых чистых металлов. Приведен критический анализ прямых и косвенных методов оценки энергии границ зерен, выявлены их достоинства и недостатки. Показано, что перспективным методом оценки энергии внутренних границ раздела является метод измерения угла зернограницной канавки с помощью сканирующей туннельной микроскопии.

Проведен подробный обзор экспериментальных работ по исследованию отжига дефектов вакансионного типа в чистых никеле и меди, структура которых получена методами интенсивной пластической деформации. Установлено, что одним из наиболее информативных методов исследования дефектов вакансионного типа в металлах и полупроводниках является метод позитронной аннигиляции.

Во второй главе обоснован выбор материалов и методов исследования. Объектами исследования выбраны чистые ГЦК металлы - никель и медь, ультрамелкозернистая структура которых была сформирована методом равноканального углового прессования с последующей прокаткой. Подробно описаны методики измерения размеров элементов зеренно-субзеренной структуры (ЗСС) на разных масштабных уровнях и оценки энергии границ зерен. Изложены методики анализа спектров времени жизни и доплеровского уширения аннигиляционной линии, а также методы их анализа.

Третья глава посвящена исследованию эволюции ультрамелкозернистой структуры никеля и меди при низкотемпературном отжиге. На двух масштабных уровнях с ростом температуры отжига выявлены конкурирующие процессы, а именно измельчения элементов ЗСС на большем масштабном уровне и укрупнение элементов ЗСС на меньшем масштабном уровне, связанной с коалесценцией субзерен. Представлены результаты оценок относительной энергии границ ЗСС ультрамелкозернистых никеля и меди после разных температур отжига. Прямо показано, что границы зерен в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации, являются неравновесными. Путем анализа интегральных функций распределения относительной энергии внутренних границ раздела выявлены различия в эволюции структур двух металлов, которые объясняются разными значениями их энергии дефектов упаковки.

В четвертой главе представлены результаты измерения спектров времени жизни позитронов и доплеровского уширения аннигиляционной линии никеля и меди после отжигов. Показано, что в образцах никеля и меди после равноканального углового прессования и прокатки, преимущественными центрами захватов позитронов являются вакансионные кластеры размерами до 9 вакансий и малоугловые границы. С использованием модели насыщенного захвата для двух типов дефектов проведены оценки концентрации дислокаций и вакансионных кластеров, а также запасенного в них объема для меди и никеля. Установлено, что избыточный объем, запасенный в вакансионных кластерах в ультрамелкозернистой меди, на порядок превышает соответствующую величину объема в никеле, что свидетельствует о более высокой стабильности вакансионных кластеров в УМЗ-никеле.

На основе полученных в работе данных предложена схема перераспределения деформационно-индуцированного избыточного объема между дефектами различной размерности. Согласно схеме, с увеличением температуры отжига избыточный объем перераспределяется из вакансионных кластеров в малоугловые границы, из малоугловых границ – в большеугловые, что отражается на интегральных функциях распределения относительной энергии. Таким образом установлено, что низкотемпературный отжиг приводит к лишь перераспределению энергии между дефектами различной размерности, а не к ее высвобождению.

В заключении сформулированы основные выводы работы.

Достоверность результатов работы Козловой Т.В. подтверждается комплексным подходом к решению поставленной задачи с использованием современных методов исследования, а также согласием полученных результатов с литературными данными других авторов.

Научная новизна

1. На основе данных сканирующей туннельной микроскопии выявлены два конкурирующих процесса на разных масштабных уровнях – измельчение зерен и рост субзерен с увеличением температуры отжига.

2. Показано, что центрами захвата позитронов в УМЗ никеле и меди являются малоугловые границы и небольшие вакансионные кластеры, которые в свою очередь проявляют высокую термическую стабильность.

3. Показано, что анализ интегральных функций распределения относительной энергии внутренних границ раздела позволяет качественно судить об эволюции структуры УМЗ металлов при отжиге.

4. Установлено, что вид интегральной функции распределения относительной энергии границ для никеля и меди принципиально отличается. Эти отличия связаны с разными значениями энергии дефекта упаковки и температуры плавления двух металлов.

Теоретическая значимость

В диссертационной работе установлены закономерности эволюции ультрамелкозернистой структуры, энергии внутренних границ раздела и связанного с ней избыточного объема в никеле и меди после низкотемпературного отжига. На основе совместного анализа данных сканирующей туннельной микроскопии и позитронной аннигиляционной спектроскопии выполнены оценки объема, запасенного в малоугловых границах и вакансионных кластерах в чистых меди и никеле. Полученные оценки могут быть использованы при моделировании процессов возврата в чистых металлах.

Практическая значимость

В работе развит метод оценки энергии неравновесных границ ЗСС простых металлов. Данный метод может быть использован для оценки энергии межфазных границ функциональных материалов в неравновесном состоянии. Установлено, что концентрация вакансионных кластеров в меди и никеле, структура которых получена методом равноканального углового прессования, достигает $\sim 10^{-5}$. Показано, что высокая концентрация и стабильность вакансионных кластеров может являться причиной низкой пластичности рассматриваемых материалов.

По работе сделаны следующие **замечания**:

1. Следует уточнить, какой классификацией масштабных уровней пользуется автор, привести таблицу.

2. В разделе 2.2 при описании методики измерения размеров элементов зеренно-субзеренной структуры на рис. 2.1 приведен пример измерения зерна, который не позволяет однозначно понять, почему выбрано именно такое положение секущей линии для данных зерен. Если положение секущей линии ориентировано строго вдоль или поперек направления прокатки, то как учитывались случаи, когда максимальный размер элемента ЗСС был ориентирован по другому направлению?

3. На рис. 3.4, 3.5 и 3.9 приведены зависимости средних размеров элементов ЗСС меди и никеля от температуры отжига, полученные по данным СТМ-изображений на разных масштабных уровнях. Зависимости на рис. 3.4 и 3.9, *a*, полученные для изображений размером 1752x1752 нм имеют точки, отклоняющиеся от основного тренда, причем на рис. 3.9, относящегося к меди, эти точки (средний размер вдоль направления прокатки) уходят от основного тренда в противоположное направление. На рисунке 3.4 при температуре отжига $\Delta T=0,23$ точки среднего размера элементов ЗСС никеля существенно выбиваются из общего тренда, а также для данной точки размер элементов вдоль направления прокатки оказывается меньше размеров поперек направления прокатки, что не характерно для других температур отжига. Наличие таких аномалий, возможно не существенно, но автор в тексте этого не разъясняет.

4. В разделе 1.3.1 приведено описание метода измерения двугранного угла канавки травления, согласно которому используется термическое травление, когда канавки травления в месте выхода границ зерна на поверхность получают путем нагрева металла в вакууме или соответствующей атмосфере. При этом в работе (см. раздел 2.1) выявление ЗСС никеля и меди проводили путем электрохимического травления. Применение иного метода травления не является ограничением для использования данного метода, однако тот факт, что для меди и никеля необходимы разные режимы травления и реактивы, может приводить к тому, что границы зерен в одном из металлов вытравливаются сильнее не только из-за того, что у них выше запасенная энергия, но и потому, что сам режим травления более интенсивный. Разные режимы травления могут затруднить сравнение энергии границ, рассчитанные для разных материалов.

5. На рис. 3.13 приведены гистограммы распределения относительной энергии границ зерен и границ двойников отжига, характерные для медных материалов, рассмотренных в работе. Фактически данные для границ двойников приведены только на одной гистограмме, из текста раздела 3.5, в котором приведен рисунок, не очевидно, по какой причине двойники присутствуют только в крупнозернистом образце.

6. На рис. 4.8 не подписаны названия осей.

7. На рис. 3.1 не приведена цветовая шкала.

8. В тексте диссертационной работы отсутствует ссылка на рис. 3.6.

9. Список сокращений и аббревиатур для удобства читателя следовало привести в начале диссертационной работы.

10. В тексте диссертации часто используется обозначение размеров исследуемых областей вида «438x438 нм²», более корректным применимо к линейным размерам является обозначение «438x438 нм».

Заключение

Высказанные замечания носят характер пожеланий и не снижают ценности результатов, полученных в диссертационной работе.

Диссертационная работа Козловой Т.В. выполнена на высоком научном уровне, хорошо оформлена и представляет собой целостное научное достижение, имеющее фундаментальное

и прикладное значение для физики металлов. Представленный в работе материал прошел хорошую апробацию на всероссийских и международных конференциях. Количество и качество публикаций соответствует требованиям ВАК.

Текст **автореферата** и публикаций достаточно полно отражают содержание диссертационной работы.

Считаю, что диссертационная работа Козловой Т.В. по объему выполненных исследований, новизне и значимости полученных научных результатов удовлетворяет требованиям ВАК, а ее автор заслуживает присуждения степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. (01.04.07) Физика конденсированного состояния.

Отзыв подготовлен д.ф.-м.н. (01.04.07 – Физика конденсированного состояния.), профессором, заведующим лабораторией физических основ прочности «Института механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук» - филиала Федерального государственного бюджетного учреждения науки Пермского Федерального исследовательского центра Уральского отделения Российской академии наук («ИМСС УрО РАН») Наймарком Олегом Борисовичем (614013, Россия, г. Пермь, ул. Академика Королева 1, тел. +7(342)2-378-389, naimark@icmm.ru).

Настоящий отзыв рассмотрен и одобрен на заседании научного семинара «Института механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук» - филиала Федерального государственного бюджетного учреждения науки Пермского Федерального исследовательского центра Уральского отделения Российской академии наук («ИМСС УрО РАН») (протокол № 9-2021 от 20.08.2021).

Заведующий лабораторией физических основ прочности «Института механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук» - филиала Федерального государственного бюджетного учреждения науки Пермского Федерального исследовательского центра Уральского отделения Российской академии наук («ИМСС УрО РАН»)

Доктор физико-математических наук,
профессор



Наймарк Олег Борисович

Сведения о ведущей организации:

Институт механики сплошных сред Уральского отделения
Российской академии наук» - филиал Федерального государственного
бюджетного учреждения науки Пермского федерального исследовательского центра
Уральского отделения Российской академии наук
(ИМСС УрО РАН)

Почтовый адрес:

614013, г.Пермь, ул.Академика Королева. д.1.

тел.: (3422) 37-84-61;

e-mail: myp@icmm.ru;

веб-сайт: <https://www.icmm.ru>.