



УТВЕРЖДАЮ
Директор ИФПМ СО РАН

Д.т.н. Е.А. Колубаев
«14» марта 2021 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Института физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук

Диссертация «Перераспределение избыточного объема и связанной с ним энергии при низкотемпературном отжиге ультрамелкозернистого никеля и меди», представляемая на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния», выполнена в лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля (ЛФМиНМК). Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН).

В период подготовки диссертации соискатель ученой степени Козлова Танзиля Вакильевна (дата рождения 13 ноября 1986) обучалась в аспирантуре ИФПМ СО РАН с 2010 по 2012 годы и с 2014 по 2015 годы, работала в лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля в должности инженера-исследователя с 2012 по 2014 годы, с 2015 года по настоящее время в должности младшего научного сотрудника.

Научные руководители – Панин Виктор Евгеньевич, академик РАН, доктор физико-математических наук, профессор; Кузнецов Павел Викторович – кандидат физико-математических наук, доцент, старший научный сотрудник ЛФМиНМК (основное место работы), доцент Отделения экспериментальной физики Инженерной школы ядерных технологий ФГАОУ ВО НИ ТПУ (работа по совместительству).

По итогам обсуждения диссертационной работы Козловой Т.В. принято следующее:

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Актуальность темы диссертации

Интерес к ультрамелкозернистым и нанокристаллическим материалам, полученным методами интенсивной пластической деформации, вызван их особыми физическими и механическими свойствами, которые существенно отличаются от свойств соответствующих крупнокристаллических аналогов. Это открывает перспективу для их практического использования. Однако структура таких материалов является метастабильной вследствие избыточной энергии, запасенной в виде высокой концентрации дефектов различной размерности, таких как вакансии, дислокации и границы разнообразного типа (малоугловые, большеугловые, неравновесные границы зерен), вакансионные кластеры, нанопоры. Эта избыточная энергия играет важную роль в пластичности и прочности материалов с измельченной структурой. С одной стороны, избыточная энергия приводит к уменьшению пластичности таких материалов, что создает проблему для их дальнейшей обработки при изготовлении деталей. С другой стороны, избыточная энергия материалов ведет к понижению температуры их рекристаллизации, поэтому они склонны к огрублению структуры уже при относительно низких температурах.

Многочисленные исследования процессов отжига материалов с измельченной структурой позволили выявить основные закономерности и ряд особенностей эволюции

их структуры, однако детального понимания поведения их структуры при отжиге не достигнуто. 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 материалов, полученных методами интенсивной пластической деформации, при отжиге сохраняют свою актуальность.

Оценка выполненной соискателем работы

Диссертация Козловой Т.В. является законченной научно-квалификационной работой, в которой получены количественные характеристики, отражающие закономерности эволюции ультрамелкозернистой структуры никеля и меди, полученной методом равноканального углового прессования и последующей прокатки, после низкотемпературного отжига. Выполнены оценки избыточного объема и связанной с ним энергии в дефектах различной размерности и показано, что при низкотемпературном отжиге избыточная энергия не высвобождается, а перераспределяется от вакансионных кластеров в малоугловые границы и от малоугловых границ в неравновесные большеугловые границы.

Основные результаты, полученные соискателем 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 ультрамелкозернистой меди и никеле.

2. Показано, что преимущественными центрами захвата позитронов в никеле и меди, структура которых получена методом равноканального углового прессования и последующей прокатки, являются дислокации и небольшие вакансионные кластеры размерами ~ 2 -9 вакансий. Вакансионные кластеры обладают высокой термической стабильностью и сохраняются в структуре после отжига в интервале гомологических температур $T_g = (0,17 - 0,37)$ для никеля и $T_g = (0,22 - 0,47)$ для меди.

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 зернограницной 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 ультрамелкозернистых никеле и меди при интенсивной пластической деформации, которые, в свою очередь, связаны с разными энергиями дефекта упаковки и температурами плавления двух металлов.

Теоретическая значимость работы:

Научные результаты, полученные Козловой Т.В. в ходе выполнения диссертационной работы, вносят существенный вклад в понимание природы термостабильности ультрамелкозернистых материалов, полученных методом интенсивной пластической деформации. На основе анализа данных сканирующей туннельной микроскопии и позитронной аннигиляционной спектроскопии выполнена оценка избыточного объема, запасенного в малоугловых границах и вакансионных кластерах в чистых меди и никеле. Полученные таким образом оценки могут быть использованы при

моделировании процессов, происходящих в структуре чистых металлов, полученных методами интенсивной пластической деформации, на стадии возврата.

Показано, что вакансионные кластеры в ультрамелкозернистом никеле и меди обладают высокой термостабильностью. Высокая концентрация $\sim 10^{-5}$ и стабильность вакансионных кластеров после низкотемпературного отжига образцов 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.

Достоверность результатов и обоснованность выводов

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

Личный вклад

Вклад автора состоит в постановке и решении задач диссертации, получении и обработке данных сканирующей туннельной микроскопии, проведении оценок энергий внутренних границ раздела, анализе результатов измерения аннигиляционных характеристик позитронов, оценке избыточного объема запасенного в вакансионных кластерах, формулировке выводов и положений, выносимых на защиту и написании статей по теме диссертации.

Основное содержание работы

Основные результаты диссертации опубликованы в 8 работах, из них 4 статьи в научных журналах, входящих в перечень рецензируемых научных журналов ВАК РФ, 4 статьи в журналах, включенных в библиографические базы данных цитирования Web of Science и Scopus.

В журналах, входящих в перечень рецензируемых научных журналов и изданий:

1. Кузнецов П. В. , Петракова И. В. , Рахматулина Т. В. , Батулин А. А. , Корзников А. В. Применение сканирующей туннельной микроскопии для характеристики зеренно-субзеренной структуры СМК никеля после низкотемпературного отжига// Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012. - Т. 78 - №. 4, С. 26-34.

2. Кузнецов П.В., Миронов Ю.П., Рахматулина Т.В., Тюрин Ю.И., Лидер А.М., Кудияров В.Н., Корзников А.В. Влияние низкотемпературного отжига на взаимодействие водорода с субмикроструктурным никелем при электролитическом насыщении// Физика и химия обработки материалов. - 2014. - № 2. - С. 75-82.

3. Кузнецов П.В., Рахматулина Т.В., Беляева И.В., Корзников А.В. Энергия внутренних границ раздела как характеристика эволюции структуры ультрамелкозернистых меди и никеля после отжига//ФММ. - 2017. - Т.118. - №3. - С. 255–262.

4. Панин В.Е., Кузнецов П.В., Рахматулина Т.В. Кривизна решетки и мезоскопические деформационные дефекты в ультрамелкозернистых металлах как основа

механизмов их пластического формоизменения// Физическая мезомеханика. – 2018. – Т.21. - №3. – С. 27-35.

Статьи, индексируемые в библиографических базах данных Web of Science и Scopus::

1. Kuznetsov P., Mironov Yu., Tolmachov A., Rakhmatulina T., Bordulev Yu., Laptev R., Lider A., Korznikov A. Positron annihilation study of hierarchy of vacancy type defects in submicrocrystalline nickel after annealing// AIP Conference proceedings. - 2014. V.1623. – P.327-330.

2. Kuznetsov P., Rakhmatulina T., Korznikov A., Belyaeva I. Distribution functions for internal interface energy as a characteristic of submicrocrystalline copper structure evolution under low-temperature annealing// AIP Conference Proceedings. – 2015. – V.1683. – P.020117-1 – 020117-5.

3. Kuznetsov P.V., Lider A.M., Bordulev Yu.S., Laptev R.S., Rakhmatulina T.V., Korznikov A.V. Grain-Subgrain Structure and Vacancy-Type Defects in Ultrafine Grained Nickel at Low Temperature Annealing// Acta Physica Polonica A. - 2015. - V.128. - №4. – P.714-717.

4. Kuznetsov P.V., Lider A.M., Bordulev Yu.S., Laptev R.S., Mironov Yu.P., Rakhmatulina T.V., Korznikov A.V. Positron Annihilation Spectroscopy of Vacancy Type Defects in Submicrocrystalline Copper under Annealing// AIP Conf. Proceeding. - 2016. – V.1783. - P. 020126-1 – 020126-5.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: V Российской научно-технической конференции «Ресурс и диагностика материалов и конструкций» (Екатеринбург, 2011), Международной конференции по физической мезомеханике, компьютерному конструированию и разработке новых материалов (Томск, 2011), 52-я Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности» (Уфа, 2012), «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2012», УМЗНМ – 2012, (Уфа, 2012), Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (Витебск, 2012), VII Международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов», посвященной 110-летию со дня рождения академика Г.В. Курдюмова (Черноголовка, 2012); Международной конференции «Физическая мезомеханика многоуровневых систем-2014. Моделирование, эксперимент, приложения» (Томск, 2014); 13th international symposium on physics of materials – ISPMA 13 (Prague, 2014); Международной конференции «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2015); VI Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» DFMN-2015 (Москва, 2015); Международной конференции «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых материалов и надежных конструкций» (Томск, 2016), Международный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций» (Томск, 2018).

Научная специальность диссертации

Анализ структуры и содержания диссертационной работы Козловой Т.В. «Перераспределение избыточного объема и связанной с ним энергии при низкотемпературном отжиге ультрамелкозернистого никеля и меди» показал, что содержание и полнота изложенного материала работы соответствует пункту 1 «Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы свойств металлов и их сплавов, неорганических и органических соединений, диэлектриков и в том числе материалов световодов как в твердом, 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 температуры), фазовых переходов в них и их фазовые диаграммы состояния» паспорта специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния», физико-математические науки, и всем требованиям п. II Положения о присуждении ученых степеней ВАК.

Заключение принято на заседании экспертного научного семинара ИФПМ СО РАН. Присутствовало на заседании 35 человек, из них: 14 докторов наук, 11 кандидатов наук. Результаты голосования: «за» – 35 чел., «против» – нет, «воздержалось» – нет, протокол заседания № 62 от 03.03.2021 г.

Председатель семинара:

доктор физико-математических наук, профессор
заведующий лабораторией физики прочности



Зуев Лев Борисович

Секретарь семинара:

доктор физико-математических наук, доцент,
ведущий научный сотрудник
лаборатории физики прочности



Баранникова Светлана Александровна