

В Диссертационный Совет Д 002.080.03

Отзыв официального оппонента

на диссертационную работу Сергея Юрьевича Миронова

“МЕХАНИЗМЫ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ЭВОЛЮЦИЯ
МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ОБРАБОТКЕ МЕТАЛЛОВ ТРЕНИЕМ С
ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ”,

представленную на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 “Физика конденсированного состояния”.

Актуальность темы. Все более широкое применение ультрамелкозернистых и нанокристаллических материалов в материалах современной техники стало тенденцией последних лет. Свое место в технике и технологии ультрамелкозернистые и нанокристаллические материалы заняли прочно и, несомненно, будут удерживать его долго. Именно этим определяется актуальность всесторонних – как экспериментальных так и теоретических – исследований процессов упрочнения и пластической деформации в этих материалах. Рецензируемая работа как раз и принадлежит ко все ширящемуся кругу исследований, которые позволяют не только понять и объяснить, но и предсказать, и научиться планировать уникальные свойства субмикро- и нанокристаллических материалов. К сожалению, приходится констатировать, что без преувеличения огромному валу экспериментальных исследований ультрамелкозернистых и нанокристаллических материалов свойственна некоторая сумбурность и хаотичность, я бы даже сказал, верхоглядство. Причиной этого, как мне кажется, стал недостаток квалифицированных, фундаментальных исследований в этой области, в особенности – посвященных формированию и эволюции микроструктуры. Все сказанное не оставляет сомнений в важности и актуальности крайне своевременно

Входящий ИПСМ
№ 385
от 02.06.2016.

появившегося цикла работ С.Ю. Миронова, которые составили основу рецензируемой диссертации.

Мне, как руководителю Лаборатории поверхностей раздела в металлах, было особенно приятно и в высшей степени полезно познакомиться с циклом работ С.Ю. Миронова. Они, несомненно, свидетельствуют о её высокой квалификации, глубокой экспериментальной и теоретической культуре и достойно продолжают традиции российской школы в области физики и механики упрочнения поверхности материалов. В диссертации С.Ю. Миронова развиты новые подходы исследования, сформулированы новые идеи, получены новые приоритетные результаты. Работа представляет собой законченное исследование, и вместе с тем, очень четко очерчивая достигнутое, не менее четко указывает дальнейшие пути развития.

Методика исследования. Среди достоинств работы следует в первую очередь отметить колоссальный объем проведенных автором экспериментов по изучению, прежде всего, процессов формирования ультрамелкозернистой структуры при обработке (или сварке) трением с перемешиванием (ОТП). До работ автора не уделялось большого внимания тому факту, что кристаллографические текстуры после ОТП зависят от энергии дефекта упаковки материала. С.Ю. Мироновым убедительно показано, что эволюция зёренной структуры в ходе ОТП представляет собой чрезвычайно сложный процесс, который включает в себя не только геометрический эффект деформации, но и фрагментацию, а также рекристаллизацию по прерывистому механизму

Среди достоинств работы следует в первую очередь отметить огромный объем проведенных автором экспериментов по изучению, прежде всего, процессов эволюции зёренной структуры и текстуры в ходе ОТП очень широко класса различных материалов, включающих как стали, так и сплавы на основе алюминия, магния, меди и титана.

Впечатляет виртуозное владение автором современными экспериментальными методиками. Экспериментальное мастерство автора, выдумка, остроумные методические приемы, продуманное привлечение партнеров из лучших отечественных и зарубежных лабораторий позволили добиться впечатляющих и выдающихся результатов, несмотря на общеизвестные трудности, с которыми постоянно приходится сталкиваться экспериментатору.

Научная новизна. Среди новых и важных результатов, полученных в работе, отмечу следующие.

Установлены основные закономерности макроскопического пластического течения и формирования кристаллографической текстуры в ходе ОТП. Обнаружена зависимость кристаллографической текстуры от кристаллического строения и энергии дефекта упаковки обрабатываемых материалов, а также температуры процесса.

Установлены основные закономерности структурообразования в ходе ОТП. Убедительно показано, что базисные механизмы эволюции микроструктуры существенно зависят от кристаллического строения и энергии дефекта упаковки материалов, а также температуры ОТП. Обнаружено, что процессы формирования зеренной структуры и кристаллографической текстуры коррелируют между собой.

Определены механизмы фазового $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в титановом сплаве ВТ6, а также мартенситного превращения в сталях в ходе ОТП. Установлены ориентационные соотношения между высоко- и низкотемпературными фазами в этих материалах. С помощью ДОРЭ удалось реконструировать зёрненную структуру и кристаллографическую текстуру высокотемпературных фаз.

Несомненным достоинством работы является то, что в ней найдены основные закономерности и физические механизмы аномального роста зерен в материалах, подвергнутых ОТП. Показано, что аномальный рост зерен определяется

специфическим характером пластического течения в ходе обработки, а также от макроскопической неоднородности микроструктуры.

Результаты исследований С.Ю. Миронова позволяют применить результаты исследований для оптимизации процесса ОТП широкого класса металлических материалов и управления формирующейся в них микроструктурой и кристаллографической текстурой. В ходе работы был разработан ряд оригинальных методик, которые могут быть использованы для углубленного анализа процессов формирования кристаллографических текстур и микроструктур в ходе деформации, рекристаллизации, роста зерен и фазовых превращений. Этим определяется **практическая значимость** диссертационной работы С.Ю. Миронова.

Таким образом, в результате работы С.Ю. Миронова были предложены **новые представления** о роли микроструктурного фактора в формировании структуры и механических свойств металлических сплавов после ОТП. Эти представления пригодны для описания широкого круга процессов и прозрачны в отношении вариантов дальнейшего развития.

Достоверность полученных в диссертации результатов, основных выводов, заключений и положений диссертации сомнений не вызывает. Она обеспечивается комплексом выверенных экспериментальных методик, широким спектром исследованных объектов, различающихся составом и структурой, использованием направленного контролируемого воздействия на микроструктуру образцов, большим числом и воспроизводимостью проведенных опытов и физически обоснованной интерпретацией экспериментальных данных, сопоставлением найденных результатов с существующими и вновь разработанными на базе полученных результатов моделями и теориями. Полученные в работе результаты признаны научной общественностью и цитируются отечественными и зарубежными авторами.

Сделанные в диссертации выводы обоснованы и полностью отвечают задачам исследования и полученным результатам.

Отметим отдельные **недостатки работы**.

1. В главах 11 и 12 подробно рассматриваются, соответственно, в титановых сплавах и сталях, аллотропические превращения $\beta\text{Ti} \leftrightarrow \alpha\text{Ti}$ и аустенит \leftrightarrow мартенсит, которые происходят в матрице этих сплавов. Однако, в сплавах на основе алюминия, магния и меди, изученных в главах 3-10, тоже могут происходить фазовые превращения. Хотя кристаллическая структура матрицы в этих сплавах остаётся неизменной, в ходе термомеханической обработки может происходить выделение мелких частиц интерметаллидов из твёрдого раствора (или – наоборот – их растворение в матрице). Анализ этих процессов может многое прояснить в формировании и эволюции микроструктуры (и текстуры) изученных сплавов при ОТП. Образование/растворение преципитатов уже доказало свои возможности как тонкий инструмент для изучения процессов интенсивной пластической деформации, таких, например, как кручение под высоким давлением. Разумеется, дифракция обратно-рассеянных электронов (ДОРЭ) является не самым чувствительным инструментом в изучении образования/растворения частиц второй фазы. Поэтому очень жаль, что в диссертации совершенно не использовалась рентгеновская дифрактометрия (РД), которая позволила бы не только проследить за появлением/исчезновением частиц второй фазы по их рефлексам, но и по прецизионным измерениям периода решётки твёрдого раствора в матрице.

2. Более того, если рентгеновские измерения показывают, что период решётки твёрдого раствора в матрице изменяется, а частиц второй фазы нет, то этот факт означает, что второй (третий, четвёртый ...) компонент сплава уходит из объёма матрицы на границы зёрен и образует там «облака» сегрегации. При субмикроструктурном размере зёрен, наблюдавшемся в сплавах после ОТП, такой

процесс немаловажен, и его легко наблюдать. Им нельзя пренебречь, так как одновременно падает твёрдорастворное упрочнение матрицы, понижается подвижность границ зёрен из-за сегрегации и возрастает упрочнение материала по механизму Холла-Петча.

3. В изученных автором сплавах (например, в сплавах на основе алюминия) интенсивная пластическая деформация (например, кручение под высоким давлением) может приводить и к образованию тонких (2-4 нм) равновесных зернограничных прослоек второй фазы. Такие прослойки, с одной стороны, сильно изменяют механические свойства материала. С другой стороны, они не видны не только на картинках ДОРЭ, но и с помощью рентгеновской дифрактометрии. Чтобы их увидеть, нужна хорошая просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Остаётся только сожалеть, что автор не воспользовался – в дополнение к прекрасным результатам ДОРЭ – и методами РД и ПЭМ.

4. В главе 11 приводится микрофотография области в зоне перемешивания сварного шва титанового сплава Ti-6Al-4V (рис. 11.1) и упоминаются т.н. α -оторочки по границам зёрен β -фазы, которая впоследствии испытывает $\beta \rightarrow \alpha$ превращение. Не так давно было показано, что такие «оторочки» являются следствием т.н. полного смачивания границ зёрен в β -фазе второй твёрдой фазой α (см., например, *J. Mater. Eng. Perform.* **23** (2014) 1580). Образование таких прослоек требует, чтобы титановый сплав провёл некоторое время в $\alpha+\beta$ области фазовой диаграммы. Это может служить указанием на тот факт, что температура формирования сварного шва в сплаве Ti-6Al-4V находилась на самом деле не в однофазной β -области фазовой диаграммы, а несколько ниже α/β транзуса.

5. Аналогичные признаки полного смачивания границ зёрен второй твёрдой фазой (недавно обнаруженного в сталях *J. Mater. Eng. Performance* **21** (3) (2012) 667) видны и на микрофотографии рис. 12.2, феррито-мартенситной стали DP590, где зёрна

феррита отделены друг от друга прослойками аустенита, превратившегося в мартенсит при охлаждении. Это обстоятельство уместно было бы хотя бы коротко обсудить в диссертации.

6. Ну и, наконец, мелкие замечания по тексту и оформлению диссертации, в целом очень аккуратно подготовленной. Латинские символы в отечественной полиграфической культуре принято набирать курсивом. На стр. 7 автореферата один и тот же город назван то по системе Поливанова (т.н. «киридзи») – Фукусима, то передан транслитерацией с «ромадзи» (система Хепбёрна) – Фукушима. Имеет смысл придерживаться одной системы, на мой вкус – поливановской. Иногда автор забывает обособлять причастные обороты (см., например, стр. 18 автореферата и стр. 161 диссертации). Местами видны остатки лабораторного разговорного языка, не вполне уместные в диссертации (например, «... при помощи стандартного EBSD софта» на стр. 166). Автор не всегда использует русские аббревиатуры для методов анализа (например, ДОРЭ вместо EBSD для дифракции обратно-рассеянных электронов или ЭЗМА вместо EPMA для электронно-зондового рентгеновского микроанализа). В списке литературы некоторые ссылки встречаются дважды (например, [8] и [68], [17] и [56], [34] и [163]) и содержат опечатки (как, скажем, Unated States в ссылках [10, 24, 25, 26 и т.д.]).

Сделанные замечания несколько не могут изменить общей положительной оценки диссертации С.Ю. Миронова, работа производит очень хорошее впечатление, и новизной идей, и новизной результатов. Наиболее интересные из них были отмечены выше, и они, безусловно, вносят **весомый вклад** как в физику больших пластических деформаций, физику упрочнения сварных соединений металлических сплавов, формирования и релаксации дефектов решетки, так и в физику конденсированного состояния в целом.

Рекомендации по использованию работы. Результаты работы С.Ю. Миронова позволяют прогнозировать свойства сварных соединений, полученных методом трения с перемешиванием. Этим определяется их значимость для науки и практики. Полученные результаты могут быть использованы как при решении исследовательских задач, так и в практической работе многих организаций, для которых важно знать состояние материала после больших пластических деформаций при высоких температурах и больших скоростях деформации, влияние трения с перемешиванием на механические и физические свойства поликристаллических материалов, а также влияние, которое оказывают большие пластические деформации на механические и функциональные свойства материалов. В их числе институты РАН: ИФТТ, ИПТМ, ИМЕТМАТ, ИФХ, ИОНХ, ИМФ УРО РАН, ИФПМ СО РАН; отраслевые: ЦНИИЧерМет, ВИАМ, ВИЛС; образовательные: МФТИ, МИСиС, СПбГУ, СПбГТУ, факультет наук о материалах МГУ, ННГУ, ТГУ, УГАТУ и другие.

Убедительна проведенная **апробация работы**, результаты которой были доложены на 23 международных и национальных конференциях, а также отражены в 53 публикациях. Все наиболее важные результаты работы отражены в этих публикациях. **Личный вклад** автора также не вызывает сомнений – в большинстве публикаций ее имя стоит первым в списке авторов. С.Ю. Миронова – известный как в России, так и за рубежом специалист в области экспериментального исследования взаимосвязи микроструктуры с физическими и механическими свойствами твердых тел.

Автореферат адекватно отражает основное содержание диссертации, выводы и положения, выносимые на защиту.

По совокупности перечисленных ранее признаков считаю, что диссертация С.Ю. Миронова представляет собой законченную научно-квалификационную работу, выполненную на высоком научном уровне, и отвечает всем требованиям, предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени доктора наук

(п. П. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней), соответствует паспорту специальности 01.04.07 «Физика конденсированного состояния», физико-математические науки (п. 3.1. Методы получения, измерения параметров и модификации материалов, физические и технические аспекты, п. 3.2. Химический состав, структура и физические свойства материалов, п. 3.5. Модификация состава, структуры и свойств материалов внешними воздействиями).

В диссертации на основании выполненных автором научных исследований решена актуальная проблема формирования микроструктур деформационного происхождения при обработке трением с перемешиванием. Считаю, что автор работы, С.Ю. Миронов, заслуживает присуждения ему ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 Физика конденсированного состояния.

Заведующий Лабораторией поверхностей раздела в металлах

Института физики твердого тела РАН, доктор физико-математических наук, профессор,

30 мая 2016 г.



Борис Борисович Страумал

Адрес: ИФТТ РАН, ул. Ак. Осипьяна, 2. 142432 г. Черноголовка

Раб. Тел. +7 49652 28300. E-mail: straumal@issp.ac.ru

Подпись Б.Б. Страумала заверяю

Ученый секретарь Института физики твердого тела РАН,

доктор физико-математических наук



Г. Е. Абросимова