



УТВЕРЖДАЮ
Директор ИФМ УрО РАН,
академик РАН
В.В.Устинов

« 13 » мая 2015 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертацию Тихоновой Марины Сергеевны «Рекристаллизационные процессы в аустенитной коррозионностойкой стали после больших пластических деформаций», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертационная работа Тихоновой М.С. посвящена исследованию механизмов структурообразования в коррозионностойкой аустенитной стали 10X18H8ДЗБР при различных температурах и степенях деформации методом многократнойковки и при последующем отжиге, а также установлению влияния формирующейся структуры на механические и коррозионные свойства стали.

Актуальность темы диссертации

Формированием в металлических материалах субмикrokристаллических и нанокристаллических структурных состояний удается достигать уникальное сочетание повышенных характеристик прочности, пластичности и коррозионной стойкости. Одним их наиболее эффективных способов получения объемных материалов с оптимизированной ультрамелкозернистой структурой является термомеханическая обработка, позволяющая в широких пределах варьировать параметрами получаемых структур за счет реализации различных рекристаллизационных процессов, протекающих как непосредственно при пластической деформации (динамическая рекристаллизация), так и при отжиге сильнодеформированного металла. Однако обоснованное применение новых способов обработки, сочетающих большие пластические деформации и отжики, сдерживается недостатком систематических экспериментальных исследований природы рекристаллизационных процессов, ответственных за формирование субмикrokристаллической структуры с размером зерен менее 1 мкм как при деформации, так и при последующем нагреве. Применительно к аустенитным нержавеющим сталям, не упрочняемым термической обработкой, важным является вопрос повышения прочностных свойств при сохранении удовлетворительной пластичности и стойкости к коррозии. Поэтому тема диссертационной работы Тихоновой М.С., посвященная углубленному изучению закономерностей рекристаллизационных процессов при деформации и отжиге, а также формированию в результате указанных процессов механических и коррозионных свойств аустенитной стали 10X18H8ДЗБР является **актуальной и практически значимой** не только для данного материала, но и для других металлов и сплавов с ГЦК решеткой и низкой энергией дефекта упаковки (ЭДУ).

Структура диссертации и ее основное содержание

Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов и списка литературы из 169 источников.

Во введении обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, сформулированы цель и основные положения, выносимые на защиту, отражена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, отмечен личный вклад автора, указаны конференции и семинары, на которых докладывались материалы работы.

В первой главе дан краткий литературный обзор данных по методам большой (интенсивной) пластической деформации, по механизмам динамической рекристаллизации (ДР) в ГЦК металлах с низкой ЭДУ и механизмам структурообразования в металлах и сплавах в процессе пластической деформации при различных температурах и степенях деформации, по механическим и коррозионным свойствам ультрамелкозернистых ГЦК материалов. На основании проведенного анализа литературы сформулированы задачи исследования.

Во второй главе описаны материал (сталь 10X18H8ДЗБР), метод его деформационной обработки многократной ковкой и методики исследования структуры, фазового состава, механических свойств и стойкости к межкристаллитной коррозии.

В третьей главе диссертации представлены исследования механизмов формирования структур в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе большой пластической деформации методами однократной и многократнойковки в широком диапазоне температур (500-1100°C). Обосновано влияние на механическое поведение стали вкладов механизмов прерывистой динамической рекристаллизации и непрерывной динамической рекристаллизации в формирование новых зерен. Изучено влияние температуры и степени деформации на механизмы динамической рекристаллизации в условиях горячей и теплой пластической деформации с большими степенями. Установлена степенная зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен от параметра Зинера – Холломона.

В четвертой главе диссертации рассмотрена кинетика формирования наноструктурного состояния в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе большой пластической деформации методом многократнойковки при комнатной температуре. Экспериментально показано, что при увеличении степени деформации скорость образования новых нанозерен падает. При истинной степени деформации $\varepsilon \sim 4$ после многократнойковки при комнатной температуре в стали 10X18H8ДЗБР зафиксировано формирование смешанной структуры, состоящей из нанозерен аустенита и кристаллитов α' -мартенсита деформации со средним размером структурных элементов ~ 30 нм. Изучено влияние степени деформации на механизмы, ответственные за формирование наноструктуры в данной стали.

В пятой главе диссертации рассмотрены структурные изменения в стали 10X18H8ДЗБР в процессе отжига после многократнойковки. Показаны микроструктурные характеристики постдинамической рекристаллизации в ультрамелкозернистой аустенитной нержавеющей стали 10X18H8ДЗБР, обработанной многократной ковкой до истинной степени деформации $\varepsilon \sim 4$ при комнатной температуре и температурах 500-800°C, в процессе последующих отжигов. Выявлено влияние температуры предварительной деформационной

обработки ковкой на закономерности структурных изменений, протекающих в ультрамелкозернистой аустенитной стали при отжигах. Показаны перспективы получения объемных ультрамелкозернистых металлических материалов с большой долей специальных границ проведением многократнойковки стали 10X18H8ДЗБР в диапазоне тепловой деформации с последующим отжигом.

В шестой главе диссертации рассмотрены механические свойства при различных температурах испытания образцов стали 10X18H8ДЗБР после многократнойковки до истинной степени деформации $\epsilon \sim 4$ при комнатной и повышенных (500 – 800°C) температурах и последующих 30-минутных отжигах в широком температурном интервале, а также оценено сопротивление межкристаллитной коррозии стали после многократнойковки при температурах 20 – 800°C и после многократнойковки при температурах 500 и 800°C с последующим 30-минутным отжигом при температуре 800°C.

Научная новизна диссертационной работы

В диссертационной работе получен ряд оригинальных научных результатов, важных для дальнейшего развития физики конденсированного состояния и, в частности, физики субмикро- и нанокристаллических материалов, формируемых при реализации деформационных и рекристаллизационных процессов. К наиболее важным новым научным результатам относятся:

1. Установленный основной вклад непрерывной динамической рекристаллизации в формировании новой зеренной структуры при многократнойковке коррозионностойкой аустенитной стали при температурах 500-800°C, а также возрастающий с увеличением температуры и степени деформации вклад механизма прерывистой динамической рекристаллизации в зарождение и рост новых зерен.

2. Экспериментально установленное формирование в стали 10X18H8ДЗБР в процессе многократнойковки при комнатной температуре двухфазной нанокристаллической структуры, состоящей из аустенита, измельченного за счет образования деформационных полос сдвига и двойников деформации, и α' -фазы, образующейся в результате развитие прямого деформационного мартенситного превращения.

3. Обоснование развития механизма непрерывной постдинамической рекристаллизации при отжиге ультрамелкозернистых структур стали 10X18H8ДЗБР, сформированных за счет протекания непрерывной динамической рекристаллизации в процессе многократнойковки при 500-800°C.

4. Выявленное увеличение доли специальных границ $\Sigma 3^n$ при развитии постдинамической рекристаллизации в аустенитной стали и замедление указанного роста доли специальных границ при превышении размера зерна более пятикратного.

Научные результаты работы будут интересны научным коллективам ФГБУН Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, ФГБУН Институт машиноведения УрО РАН, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет им. Первого президента России Б.Н. Ельцина», ФГБОУ ВПО «Новосибирский государственный технический университет», ФГБОУ ВПО «Пермский государственный национальный исследовательский университет» и другим.

Практическая значимость диссертационной работы

Установленные в диссертационной работе Тихоновой М.С. закономерности эволюции структуры стали 10X18H8ДЗБР при многократной ковке в широком диапазоне температур и степеней деформации, а также при последующих отжигах могут быть использованы при создании научно обоснованных технологий обработок массивных полуфабрикатов нержавеющей сталей аустенитного класса, обеспечивающих достижение улучшенных прочностных характеристик при сохранении коррозионной стойкости. Выявленная в работе связь между долей двойниковых границ и изменением размера зерна при отжиге позволяет предложить перспективный подход для получения ультрамелкозернистых металлических материалов с большой долей специальных границ и таким образом развивает зернограничную инженерию микроструктур. На основании полученных в работе научных результатов разработаны два новых способа получения заготовок сталей аустенитного класса с повышенными прочностными свойствами (патенты РФ № 2488637, № 2468093).

Достоверность полученных результатов

Достоверность и обоснованность положений и выводов диссертации основана на применении таких взаимодополняющих современных аналитических методов исследований структуры как просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия с методикой дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), рентгеноструктурный анализ, атомно-силовая микроскопия; проведением механических испытаний и испытаний по определению стойкости к межкристаллитной коррозии по соответствующим ГОСТам. Приведенные в диссертационной работе результаты исследований, полученные с использованием различных методик, достаточно хорошо согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам. Полученные экспериментальные данные обсуждены на основе общепринятых положений современного физического металловедения и физики конденсированного состояния.

Оформление диссертации, публикации и апробация

Диссертация логично построена, структура и содержание соответствуют цели и задачам исследования. Работа достаточно хорошо оформлена. Результаты работы опубликованы в 29 научных работах (включая 14 статей в журналах из Перечня ВАК и 2 патента на изобретение) и прошли апробацию на 14 международных и российских конференциях. Автореферат диссертации и публикации правильно и полно отражают содержание работы.

Замечания по диссертационной работе

1. При обсуждении в разделе 1.1 литературного обзора использования термина «интенсивная пластическая деформация» (ИПД) не принималась во внимание обоснованность применения указанной терминологии прежде всего к процессам скоростной деформации и, соответственно, при рассмотрении методов ИПД не было уделено внимания таким реализующим высокие скорости деформации методам ИПД как динамическое канально-угловое прессование и высокочастотная (1000 ударов в минуту) радиальная ковка.

2. В главе 4 сообщается о формировании в результате многократнойковки при комнатной температуре нанозерен или кристаллитов размером ~ 30 нм. Однако в табл. 1 автореферата для данного состояния размер структурных элементов $0,03 \text{ мкм} = 30 \text{ нм}$ приведен с двумя звездочками (**), обозначающими расстояние между границами, включающими не только большеугловые, но и малоугловые границы (т.е. границы субзерен). В этой связи было бы целесообразно в диссертации на рис. 4.8 наряду со светлопольным изображением и кольцевой электронограммой привести также темнопольные изображения рассматриваемой нанокристаллической структуры в рефлексах γ и α фаз.

3. В диссертации и автореферате отсутствуют какие-либо разъясняющие сведения о двух запатентованных способах получения заготовок сталей аустенитного класса с повышенными прочностными свойствами кроме упоминания о полученных патентах в разделе «Практическая значимость» и списке публикаций диссертанта.

4. К сожалению, в диссертации содержатся отдельные ошибки, неточности, неудачные выражения:

на стр. 19 фраза «Недавно была предложена... модель...» со ссылками на источники [38, 39] соответственно тридцати- и двадцатилетней давности;

имеет место неполное соответствие данных по химическому составу исследуемой стали 10X18H8ДЗБР в табл. 2.1 диссертации и на стр. 7 автореферата;

на стр. 88 сказано, что плотность дислокаций деформированной стали после отжига при $500-600^\circ\text{C}$ остается практически неизменной, однако согласно рис. 5.3 плотность дислокаций при 600°C резко (в 3 раза) снижается;

в главе 5 диссертации отсутствует рисунок с гистограммами распределения зерен по размеру после многократнойковки и отжига при 800 и 1000°C , хотя на рис. 11 автореферата указанные гистограммы приведены.

Однако сделанные частные замечания к работе не снижают общего положительного впечатления от диссертации, а также ее научной и практической ценности.

Общая оценка диссертационной работы

Диссертационная работа Тихоновой М.С. является завершенной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований и их интерпретации получены новые результаты, совокупность которых можно квалифицировать как решение важной, имеющей значение для развития физики конденсированного состояния и металловедения сталей, задачи оптимизации условий формирования методами многократнойковки и последующих оптимизированных отжигов ультрамелкозернистой структуры в коррозионностойкой аустенитной стали с целью получения высокого уровня механических свойств при сохранении стойкости коррозионному воздействию. Работа выполнена на высоком научном уровне. Выводы и результаты обоснованы и достоверны. Автореферат полностью отражает основное содержание диссертации.

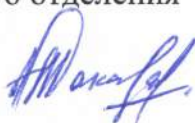
Тематика выполненных исследований соответствует паспорту специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния (п. 1 «Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы свойств

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», п. 6 «Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами», п. 7 «Технические и технологические приложения физики конденсированного состояния»).

В целом, по актуальности и уровню решения поставленных задач, объему выполненных исследований, научной новизне, достоверности, практической значимости полученных результатов и выводов диссертационная работа Тихоновой М.С. «Рекристаллизационные процессы в аустенитной коррозионностойкой стали после больших пластических деформаций» соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней, утвержденным постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор – Тихонова Марина Сергеевна заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Отзыв составлен на основании ознакомления с текстом диссертации и автореферата, а также заслушанного доклада Тихоновой М.С., представленного в ИФМ УрО РАН на объединенном семинаре лабораторий механических свойств, физического металловедения, цветных сплавов, прецизионных сплавов и интерметаллидов ИФМ УрО РАН 7 апреля 2015 г.

Заведующий отделом материаловедения и
лабораторией механических свойств
Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Институт физики металлов
имени М.Н. Михеева Уральского отделения
Российской академии наук,
доктор технических наук



Макаров Алексей Викторович

620990, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, ИФМ УрО РАН
Тел. (343) 378-36-40 e-mail: avm@imp.uran.ru

Отзыв рассмотрен и одобрен на заседании Ученого совета ИФМ УрО РАН
(Протокол № 8 от 13 мая 2015 г.).

Ученый секретарь ИФМ УрО РАН,
канд. физ.-мат. наук



Суркова Т.П.

Сведения о ведущей организации

По диссертации Тихоновой М.С. «Рекристаллизационные процессы в аустенитной коррозионностойкой стали после больших пластических деформаций», представленной на соискание на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Полное название: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук.

Сокращенное название: ИФМ УрО РАН

Почтовый адрес: РФ 620990, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Тел.: +7 (343) 374-02-30,

Факс: +7 (343) 374-52-44,

e-mail: physics@imp.uran.ru

сайт: www.imp.uran.ru

Основные научные направления

- Эволюция структуры и изменение физико-механических свойств сталей и сплавов при различных видах внешних воздействий, в том числе экстремальных
- Исследование природы и механизмов образования мартенситных структур в переходных металлах и их сплавах
- Исследование структуры, физико-механических свойств и разработка новых сталей с улучшенными функциональными характеристиками (прочностью, эффектом памяти формы, износостойкостью, пластичностью, жаростойкостью и жаропрочностью, усталостной прочностью, радиационной стойкостью, сопротивлением коррозионному растрескиванию)
- Создание нанокристаллических сплавов в результате сильной пластической деформации, циклических мартенситных превращений, облучения высокоэнергетическими частицами, кристаллизации металлических стекол
- Разработка новых износостойких материалов и способов упрочнения поверхности за счет создания нанокристаллической структуры

Публикации в сфере исследований, которым посвящена диссертация

1. Makarov A.V., Savrai R.A., Pozdejeva N.A., Smirnov S.V., Vichuzhanin D.I., Korshunov L.G., Malygina I.Yu. Effect of hardening friction treatment with hard-alloy indenter on microstructure, mechanical properties, and deformation and fracture features of constructional steel under static and cyclic tension // Surface and Coatings Technology. 2010. V. 205 Is. 3. P. 841-852.
2. Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чашухина Т.И. Термическая стабильность субмикрокристаллической структуры в стали 4X14H14B2M // ФММ. 2010. Т.109. С. 146-153.
3. Макаров А.В., Малыгина И.Ю., Саврай Р.А., Коршунов Л.Г., Коган Л.Х., Солодова И.Л. Влияние упрочняющей фрикционной обработки и

- последующего отпуска на структуру, твердость и вихретоковые характеристики закаленных конструкционных сталей // Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. № 4. С. 28-35.
4. Gybernatorov V.V., Sycheva T.S., Olkov S.A., Pyatygin A.I. New look at substructure formation during the soft magnetic materials recrystallization // Sol. Stat. Phenomena. 2011. V.168-169. P. 416-419.
 5. Покрышкина Д.К., Дегтярев М.В., Копылов В.И., Воронова Л.М., Чашухина Т.И. Динамическая рекристаллизация меди с различной исходной структурой при сдвиге под давлением // Деформация и разрушение материалов 2011. №4. С. 19-25.
 6. Уваров А.И., Сагарадзе В.В., Казанцев В.А., Вильданова Н.Ф., Сомова В.М., Ануфриева Е.И., Филиппов Ю.И. Влияние стабильности аустенита на физико-механические свойства инваров, упрочняемых комбинированными обработками // ФММ. 2011. Т. 112. № 4. С. 429-435.
 7. Кузнецов В.П., Макаров А.В., Осинцева А.Л., Юровских А.С., Саврай Р.А., Роговая С.А., Киряков А.Е. Упрочнение и повышение качества поверхности деталей из аустенитной нержавеющей стали алмазным выглаживанием на токарно-фрезерном центре // Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. № 11. С. 16-26.
 8. Чашухина Т.И., Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Покрышкина Д.К. Деформация и динамическая рекристаллизация в меди при разной скорости деформирования в наковальнях Бриджмена // ФММ. 2011. Т.111. С. 315-324.
 9. Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чашухина Т.И. Влияние барического фазового превращения на формирование субмикроструктурной структуры и низкотемпературную рекристаллизацию в стали 4X14H14B2M // ФММ. 2012. Т.113. С. 627-634.
 10. Сагарадзе В.В., Уваров А.И. Упрочнение и свойства аустенитных сталей. Екатеринбург. РИО УрО РАН. 2013. 720 с.
 11. Макаров А.В., Коршунов Л.Г., Саврай Р.А., Давыдова Н.А., Малыгина И.Ю., Черненко Н.Л. Влияние длительного нагрева на термическое разупрочнение, химический состав и эволюцию нанокристаллической структуры, сформированной в закаленной высокоуглеродистой стали при фрикционной обработке // ФММ. 2014. Т. 115. № 3. С. 324-336.
 12. Родионов Д.П., Хлебникова Ю.В., Гervasьева И.В., Егорова Л.Ю., Казанцев В.А. Влияние степени деформации и режима отжига на совершенство кубической текстуры рекристаллизации трехслойных лент-подложек NiW/NiCr/NiW // Деформация и разрушение материалов. 2014. №10. С. 15-20.
 13. Филиппов Ю.И., Сагарадзе В.В., Завалишин В.А., Печеркина Н.Л., Катаева Н.В., Мушникова С.Ю., Костин С.К., Калинин Г.Ю. Акустически регистрируемое коррозионное растрескивание под напряжением азотистых аустенитных сталей // ФММ. 2014. Т. 115. № 6. С. 624-637.
 14. Макаров А.В., Саврай Р.А., Горкунов Э.С., Юровских А.С., Малыгина И.Ю., Давыдова Н.А. Структура, механические характеристики, особенности деформирования и разрушения при статическом и циклическом нагружении закаленной конструкционной стали, подвергнутой комбинированной деформационно-термической наноструктурирующей обработке // Физическая мезомеханика. 2014. Т. 17. № 1. С. 5-20.

15. Красноперова Ю.Г., Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чашухина Т.И., Реснина Н.Н. Рекристаллизация никеля при нагреве ниже температуры термоактивируемого зарождения// ФММ. 2015. Т.116 С. 83-90.

Ученый секретарь ИФМ УрО РАН,
канд. физ.-мат. наук

Суркова Т.П.



“13” 05 2015 г.