

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.006.01
на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института
металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук по
диссертации на соискание ученой степени кандидата (доктора) наук

аттестационное дело № _____
решение диссертационного совета от 18 декабря 2014 года № 9

О присуждении Рыбальченко Ольге Владиславовне, гражданке РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Влияние интенсивной пластической деформации на структуру, механические и служебные свойства стали 08X18H10T» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» принята к защите 16 октября 2014 г., протокол №7 диссертационным советом Д 002.006.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, 119991, г. Москва, Ленинский пр. 49, приказ Минобрнауки РФ №714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель Рыбальченко Ольга Владиславовна 1972 года рождения.

В 1996 г. соискатель окончила «Московский государственный институт стали и сплавов (технологический университет)» по специальности «Физика металлов». С момента окончания аспирантуры «Московский государственный институт стали и сплавов (технологический университет)» в 2002 году по настоящее время работает в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук в должности научного сотрудника.

Диссертация выполнена в лаборатории металлостроения цветных и легких металлов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Научный руководитель- доктор технических наук Добаткин Сергей Владимирович, заведующий лабораторией металлостроения цветных и легких металлов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

1. Салищев Геннадий Алексеевич, доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»), руководитель лаборатории объемных наноструктурных материалов;

2. Столяров Владимир Владимирович, доктор технических наук, профессор, ФГБУН Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук (ИМАШ РАН), главный научный сотрудник

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» г. Москва в своем положительном заключении, подписанном председателем НТС, директором Института металловедения и физики металлов им. Г.В. Курдюмова ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», д.ф.- м.н., профессором А.М. Глезером; ученым секретарем НТС, к.ф.-м.н. В.П. Филлиповой; и.о. генерального директора ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» В.А. Угловым, указала, что работа является законченной научно- квалификационной работой, выполненной на высоком методическом и экспериментальном уровне, которая по своей научной проблематике, объему и содержанию полностью соответствуют пунктам 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» и паспорту специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области металловедения и термической обработки металлов и сплавов, квалификацией, способностью определить актуальность, научную и практическую ценность представленной диссертационной работы.

В положительном отзыве ведущей организации имеются следующие замечания:

1. Из текста диссертации не ясно, насколько результаты, полученные методом КГД, могут быть сопоставимы с результатами, полученными методом РКУП.

2. Хотелось бы видеть в диссертации более широкий спектр исследованных композиций Fe-Cr-Ni-сталей, что заметно расширило бы значимость полученных результатов.

3. Не совсем удачным представляется использование в названии диссертации словосочетания «механические и служебные свойства».

4. К сожалению, не у всех численных значений механических свойств, приведенных в работе, указан доверительный интервал полученных значений (см. например, п. 4 выводов по диссертации).

5. В тексте диссертации встречаются некорректные термины и выражения. Например, крайне неудачным является выражение «высокий комплекс свойств», который встречается несколько раз по тексту диссертации. Кроме того, более правильно называть «EBSD-анализ» методом обратно рассеянных (а не отраженных, как в тексте диссертации) электронов.

От официального оппонента д.т.н., профессора Салищева Г.А. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

По диссертации:

1. В цели работы автор предлагает обосновать механизмы управления структурным (состояние границ зерен и их размер) и фазовым (аустенит, мартенсит, феррит, специальные карбиды) состоянием интенсивной пластической деформацией

для одновременного повышения прочностных, усталостных свойств и радиационной стойкости аустенитных сталей типа 08X18H10T. Между тем такие механизмы управления в работе не представлены.

2. В методике (стр. 47) указано, что минимальный шаг сканирования при EBSD40 нм. Между тем на стр. 55 диссертации и стр. 10 автореферата указано, что были измерены структурные элементы с размером 30 нм. С использованием какого метода были получены эти результаты?

3. Стр. 79 диссертации. Изменение механических характеристик в стали после КГД по различным температурным режимам автором не связано с фазовым составом образцов. Однако, судя по наклону кривых на диаграммах растяжения, модуль упругости образцов в разных состояниях существенно различается. Это связано с изменением фазового состава?

4. Стр. 85. РКУП при комнатной температуре приводило к образованию частично мартенситной структуры. Автор предположила, что различие с КГД связано с разницей в приложенных давлениях, а между тем возможно влияние повышения температуры образца, вследствие тепловыделения в ходе деформации. Были ли проведены оценки с учетом фактора тепловыделения?

5. Ни в методике, ни в главах описания результатов с РКУП образцами не приведено, в каких сечениях были вырезаны образцы? Поэтому из текста описания результатов не ясно, связано ли формирование ориентированной структуры с направлением сдвига при РКУП? Если так, то как изменялась структура в разных сечениях?

6. Стр. 111. Диссертантом используется термин интенсивное динамическое двойникование. При этом каких-либо данных об интенсивности двойникования не приводится. Не обосновывается также термин динамическое. Чем он отличается от механического двойникования?

По автореферату:

1. Стр.3. Механические, физические, функциональные свойства. Функциональные могут быть физическими.

2. Стр.3. 2 ой абзац - Стиль: Эффективным путем получения является использование....

3. Стр.4, задача 1: ..вклад типа кристаллической решетки... Как тип кристаллической решетки может давать вклад?

4. Стр. 12. Развитие текстуры в аустенитной стали не связано с формированием нанокристаллической структуры? Вероятно, имелось в виду, что тип текстуры практически не изменяется?

От официального оппонента, д.т.н. Столярова В.В. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. Выполнено большое число экспериментов по деформации методами ИПДК и РКУП. Но есть ли и какая связь между полученными результатами не обсуждается.

2. В работе для разных исследований используются КГД образцы $\varnothing 10$ и 20 мм. Однако обоснование выбора разных образцов и сопоставимости получаемых данных отсутствует. Не указана величина давления для образцов $\varnothing 20$ мм, что также не позволяет установить идентичность напряженного состояния.

3. При подготовке фольг для ПЭМ автор применял вырезку заготовок толщиной 0.5 мм наждачным кругом. Данный метод препарирования из-за деформации и разогрева мог оказать влияние на структуру. Методически правильнее было бы делать это электроискровой резкой проволокой.

4. Поскольку радиационная стойкость стали изучалась при относительно низких параметрах облучения, то полученные результаты имеют в основном фундаментальное, но не практическое значение.

5. В методике “ShearPunch” не приводится зависимость или формула для пересчета напряжений течения при сдвиге в предел текучести при растяжении.

6. На стр.49 в последнем абзаце имеется описка - указано «...плоскость прокатки» вместо «.....плоскость в направлении РКУП».

7. На рис.29 график приведен для температур 20-750°C, а в тексте для 20-900°C.

На автореферат диссертации Рыбальченко О.В. поступило 12 отзывов. Все отзывы положительные.

1. Отзыв заведующего лабораторией 08 ИПСМ РАН «Материаловедение и технологии легких сплавов» д.т.н. Маркушева М.В. содержит 2 замечания:

– в названии рисунка 10 и близлежащем тексте формулировку «нагрев на...» следует заменить на отжиг, с указанием температуры и длительности выдержки.

– дискуссионным является утверждение на стр. 13 о том, что к уменьшению температуры появления мартенсита приводит уменьшение размера зерна стали в процессе КГД. Хотелось бы услышать аргументацию этого заключения в пользу именно эффекта размера зерна, а не от изменения других параметров структуры и кристаллографической текстуры.

2. Отзыв, подписанный научным сотрудником лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ», к.ф.-м.н. Шаховой Я.Э. и руководителем лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ», д.ф.-м.н. Кайбышевым Р.О. содержит 3 замечания:

1) В автореферате не достаточно подробно описано исходное состояние исследуемой стали.

2) Из текста автореферата не вполне понятно, в чем разница между двойникованием в ходе равноканального углового прессования и динамическим двойникованием в ходе циклической деформации.

3) Рисунок-иллюстрация к описанию микроструктуры стали после равноканального углового прессования и последующего отжига (рисунок 10) составлен не вполне корректно. В частности, на приведенном в автореферате

рисунке не видно увеличения доли большеугловых границ по сравнению с исходным состоянием (рисунок 9).

3. Отзыв заведующего сектором Лаборатории металлических конструкций ЦНИИСК им. Кучеренко В.А. ОАО «НИЦ» Строительство» д.т.н., профессора, Одесского П.Д. содержит 1 замечание:

– из автореферата неясно, на каких образцах (дизайн, сечение, наличие концентративов) проводились испытания при статических и циклических нагрузках?

4. Отзыв заведующего кафедрой наноматериалов и нанотехнологий ФГАОУ ВПО Белгородский государственный национальный исследовательский университет, д.ф.-м.н., профессора Колобова Ю.Р. содержит 1 замечание:

– В качестве замечания можно отметить неудачную, по нашему мнению, формулировку цели работы. Управление структурным и фазовым состоянием при деформации осуществляется изменением условий обработки (температура, степень и скорость деформации), и механизмы управления традиционны. В то же время, не изучены детально особенности структурно – фазовых превращений при интенсивной деформации аустенитных сталей (как цель научной работы), практическим приложением знаний о которых должны быть новые режимы обработки.

5. Отзыв главного научного сотрудника ИФМ УрО РАН, д.ф.-м.н., профессора Зельдовича В.И. содержит 1 замечание:

– Способ ИПД при понижающейся температуре был известен, но для стали 08X18H10T он особенно важен, так как препятствует образованию мартенсита деформации при одновременном процессе «дробления структуры». Остается неясным, почему в работе не реализован такой подход для метода РКУП.

6. Отзыв директора Центра новых материалов Санкт-Петербургского государственного Политехнического университета, д.т.н., профессора Коджаспирова Г.Е. содержит 1 замечание:

– В качестве замечания можно отметить отсутствие в автореферате сведений о областях возможного практического применения стали в НК и СМК состояниях с существенно сниженными по сравнению с обычно применяемым состоянием пластическими свойствами.

7. Отзыв заместителя директора по НР ИФПМ СО РАН, заведующего лабораторией материаловедения сплавов с памятью формы, д.ф.-м.н., профессора Лоткова А.И. и младшего научного сотрудника, к.ф.-м.н. Жаповой Д.Ю. содержит 2 замечания:

1) К сожалению, в тексте автореферата не приведен средний размер зерен исходных образцов, что затрудняет анализ, полученных в работе результатов.

2) В тексте автореферата (стр.5, 4 строка сверху; стр.21, 6 строка снизу) указано «...метода обратно отраженных электронов (EBSD – анализ)». На наш взгляд EBSD-

анализ более корректно называть методом дифракции обратно рассеянных электронов.

8. Отзыв директора Института физики перспективных материалов, Уфимского государственного авиационного технического университета. Заслуженного деятеля науки РБ и РФ д.ф.-м.н., профессора Валиева Р.З. и с.н.с. Института физики перспективных материалов, Уфимского государственного авиационного технического университета, к.ф.-м.н. Н.А. Еникеева содержит 3 замечания:

1) В автореферате отмечено (стр. 12), что образцы стали после КГД имеют аксиальную текстуру, в то время, как главной модой деформацией здесь является сдвиг, направление которого изменяется на 360° по радиусу образца. Таким образом, проявление аксиальной текстуры может быть связано с усреднением текстурных данных, если площадь облучения при съёмке захватывала центральную часть КГД диска. В то же время, съёмка с достаточно малой площади, например, на середине радиуса образца может показать текстуру сдвига.

2) На стр. также 12 указано, что все образцы были получены КГД до одинаковой степени деформации ~ 6.4 . Однако при использовании ступенчатого режима изменялась толщина образца, так что степень деформации для них должна отличаться от КГД образцов, полученных непрерывно.

3) Из автореферата неясно, проводились ли численные оценки вкладов различных структурных параметров, влияющих на исследуемые свойства УМЗ стали, и, соответственно, каким образом выявляли наиболее значимые из них.

9. Отзыв профессора кафедры литейного производства и материаловедения ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», д.т.н. Копцевой Н.В. и доцента кафедры машиностроительных и металлургических технологий ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» к.т.н. Ефимовой Ю.Ю. содержит 3 замечания:

1) Нет обоснования выбора исследуемых материалов.

2) В тексте автореферата отсутствует объяснение причин одинаковой термической стабильности аустенитных и ферритных сталей при нагреве после ИПД методом КГД (стр. 11).

3) В формулировке научной новизны (стр. 5) и в выводах (стр. 21) говорится об увеличении доли большеугловых границ в ходе РКУП и последующей циклической деформации и их большой роли в повышении усталостной прочности, но не приведены результаты, подтверждающие это заключение.

10. Отзыв зав. кафедрой материаловедения и физики металлов, ФГБОУ ВПО Уфимский государственный авиационный технический университет (УГАТУ) д.ф.-м.н., профессора Зарипова Н.Г. содержит 2 замечания:

1) В автореферате показано, что ступенчатая обработка по режиму

450°C→300°C→20°C методом КГД способствует понижению температуры деформационного мартенситного превращения. Но нет объяснения, за счет чего при такой обработке повышается устойчивость аустенита.

2) Из автореферата неясно, проведены ли деформации РКУП по тем же режимам, что и в таблице 1, и какой из режимов являлся оптимальным для получения повышенных служебных свойств.

11. Отзыв зав. лабораторией цветных сплавов ИФМ УрО РАН, д.ф.-м.н., профессора Пушина В.Г. не содержит замечаний.

12. Отзыв заместителя директора по науке научно-исследовательского института прогрессивных технологий ФГБОУ ВПО «Гольятинский государственный университет», к.ф.-м.н., Dr Eng. профессора Виноградов А.Ю. не содержит замечаний.

Соискатель имеет 11 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 10 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 7, опубликованных в трудах конференций – 2 и в сборнике научных трудов института -1. Общий объем работ по теме диссертации составляет 8,5 печатных листов (авторский вклад 60%).

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Rybal'chenko, O.V. Strength of Ultra-grained Corrosion-resistant Steels after Severe Plastic Deformation [Текст] / *Rybal'chenko O.V.*, Dobatkin S.V., Kaputkina L.M., Raab G.I., Krasilnikov N.A. // Mat. Sci. Eng. A.-2004. -V.387-389. -P. 244-248.

2. Dobatkin, S.V. Structure formation, phase transformations and properties in Cr–Ni austenitic steel after equal-channel angular pressing and heating [Текст]/ Dobatkin S.V., *Rybal'chenko O.V.*, Raab G.I. // Mat. Sci. Eng. A. -2007. -V. 463. -P. 41–45.

3. Добаткин, С.В. Фазовые и структурные превращения в коррозионно-стойких сталях после сдвига под давлением и нагрева [Текст] / Добаткин С.В., Капуткина Л.М., *Рыбальченко О.В.*, Комлев В.С. // Металлы. -2012. -№ 5. -С.28-37.

4. Dobatkin, S. Structure and Fatigue Properties of Cr-Ni-Ti Austenitic Steel after Equal Channel Angular Pressing [Текст] / Dobatkin S., Skrotzki W., Terent'ev V., *Rybalchenko O.*, Belyakov A., Prosvirnin D., Zolotarev E. // Materials Science Forum. - 2013. -P. 343-348.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований *разработаны* режимы РКУП стали 08X18H10T для одновременного повышения статической и усталостной прочности при комнатной температуре, что стало возможным благодаря *предложенному подходу* целенаправленного изменения структурного и фазового состояния за счет изменения параметров ИПД, что ранее к аустенитным сталям не применялось.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

– применительно к проблематике диссертации результативно использован комплекс существующих базовых методик, в том числе рентгеноструктурного и EBSD анализов, просвечивающей и растровой электронной микроскопии, методов определения механических свойств;

– обнаружен и изучен эффект понижения температуры образования мартенсита деформации путем последовательного уменьшения размера зерна при ступенчатом понижении температуры деформации 450→300→20 °С при КГД для получения преимущественно аустенитной наноструктуры.

– выявлены процессы интенсивного вторичного динамического двойникования, динамического возврата, увеличение доли большеугловых границ и частичное мартенситное превращение в стали 08X18H10T в ходе циклической деформации, ответственные за повышение усталостной прочности при испытании на многоцикловую усталость;

– установлено значительное повышение предела усталости стали 08X18H10T за счет большой плотности двойников отжига в рекристаллизованной преимущественно аустенитной матрице;

– не выявлено дефектов радиационного происхождения в наноструктурной стали 08X18H10T с сохранением прочностных свойств после облучения в изученных условиях.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

– с применением разработанных в ходе исследований режимов РКУП стали 08X18H10T для одновременного повышения при комнатной температуре статической и усталостной прочности (предел прочности повышается в 1,5-2 раза, предел текучести в 3,8-5,2 раза, предел усталости в 1,4-1,7 раза);

– в результате РКУП и последующего нагрева предел усталости стали 08X18H10T был повышен до 650 МПа, что в более чем в 2 раза превышает предел усталости этой стали в исходном состоянии;

– с применением разработанных в ходе исследований режимов КГД удалось получить полностью аустенитное состояние стали 08X18H10T для повышения коррозионной стойкости с размером зерна 85-125 нм при котором достигнут предел текучести 1640-1820 МПа при удлинении 6-10 %.

Оценка достоверности результатов выявила:

– автором выполнен большой объем прецизионных экспериментов с использованием современных материаловедческих методов и методик;

– для экспериментальных работ использовано сертифицированное оборудование, показана воспроизводимость результатов исследований;

– теория согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации и отвечает современным представлениям о структурообразовании при интенсивной пластической деформации;

– установлено качественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике;

– использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задач исследования, проведении основных экспериментов, получении исходных данных, обработке и интерпретации экспериментальных данных, подготовке основных публикаций по выполненной работе, а также участии в разработке экспериментальных стендов и установок и апробации результатов исследования.

Диссертация достигает поставленных целей, что подтверждается наличием последовательного плана исследования, наличием огромного экспериментального объема систематических исследований, грамотной интерпретацией результатов, что подтверждается наличием четких взаимосвязанных выводов.

Диссертационная работа соответствует требованиям паспорта специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

На заседании 18 декабря 2014 г. диссертационный совет принял решение присудить Рыбальченко О.В. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 5 докторов наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за - 16, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета Д002.060.01,
академик РАН

Ученый секретарь
диссертационного совета Д002.060.01,
д.т.н., проф.



Банних О.А.

Блинов В.М.

«24» декабря 2014 года