

ОТЗЫВ

официального оппонента Попова Владимира Владимировича на диссертационную работу Саркеевой Елены Александровны на тему «Повышенные функциональные свойства холоднокатаных наноструктурных дисперсионно твердеющих медных сплавов систем Cu-Cr и Cu-Cr-Zr», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 2.6.6 - Нанотехнологии и наноматериалы

Актуальность темы диссертации.

Стремительное развитие современной промышленности приводит к постоянному повышению требований к физическим и механическим характеристикам функциональных материалов. В частности, при изготовлении ответственных изделий проводниковых систем необходимо сочетание высокой прочности с хорошей электропроводностью для обеспечения энергоэффективности и безопасности эксплуатации. С этой точки зрения представляются незаменимыми низколегированные сплавы Cu-Cr и Cu-Cr-Zr, в которых такое сочетание возможно, но необходимо искать пути для повышения этих характеристик. В последние десятилетия во всем мире развивается новый подход к созданию функциональных материалов с высокими свойствами, а именно, применение различных способов интенсивной пластической деформации для получения наноструктурного состояния.

Различные способы ИПД применялись и к низколегированным бронзам, и накоплен уже достаточно большой экспериментальный материал в этой области. Тем не менее, многие вопросы, касающиеся взаимосвязи между микроструктурой, механическими свойствами и электрическими характеристиками ультрамелкозернистых термически упрочняемых медных сплавов изучены недостаточно, что обосновывает необходимость комплексного исследования структуры и свойств этих сплавов после различной термомеханической обработки. В частности, представляет безусловный интерес применение равноканального углового прессования в сочетании с холодной прокаткой и старением для оптимизации параметров производства и достижения требуемых функциональных свойств сплавов Cu-Cr и Cu-Cr-Zr. Именно это и является темой диссертационной работы, что обусловило ее актуальность.

Структура и основное содержание работы.

Диссертационная работа Саркеевой Е.А. объемом в 157 страниц состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы, а также включает 67 рисунков и 18 таблиц.

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цели и задачи исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, а также приведены основные положения, выносимые на защиту. Представлены сведения о личном вкладе автора.

Первая глава содержит обзор литературы, посвященный исследованиям эволюции микроструктуры и свойств медных сплавов систем Cu-Cr и Cu-Cr-Zr при равноканальном угловом прессовании и холодной прокатке. Отмечены недостаточно изученные вопросы. На основании проведенного обзора сформулирована цель работы и поставлены задачи, которые предстояло решить для достижения этой цели.

ВХОД. № 4159-13
«30» 10. 2025г.

Вторая глава содержит описание исследуемых материалов и детальное изложение режимов термомеханической обработки, включающих равноканальное угловое прессование, холодную прокатку и последующее старение. В качестве материалов исследования были выбраны низколегированные медные сплавы систем Cu-Cr и Cu-Cr-Zr. Для структурных исследований применялись методы оптической микроскопии, а также растровой и просвечивающей электронной микроскопии, и методы рентгеноструктурного анализа. Оценка механических свойств осуществлялась методами испытаний на растяжение и измерения микротвердости. Удельную электрическую проводимость определяли методом вихревых токов.

В **третьей главе** представлены результаты исследования эволюции микроструктуры сплавов, подвергнутых комплексной термомеханической обработке, включающей равноканальное угловое прессование, холодную прокатку и старение. На сплаве Cu-0.5Cr подробно исследовано влияние прокатки с разной степенью обжатия, РКУП с разным числом проходов и сочетания РКУП + прокатка на параметры структуры (размер зерен/субзерен, период решетки, размеры ОКР, величина микродеформаций, плотность дислокаций). Проанализировано изменение структуры и распад твердого раствора в процессе старения после деформации. Обнаружено, что распад пересыщенного твердого раствора может происходить уже в процессе деформации при комнатной температуре, если степень деформации достаточно велика. Подобные, хотя и менее подробные исследования (прокатка только с одной степенью деформации - 60%) были выполнены для сплава Cu-0.5Cr-0.2Zr. При этом показано, что добавка циркония не оказывает существенного влияния на общую тенденцию формирования микроструктуры. На основании анализа полученных результатов автор предлагает феноменологическую модель эволюции микроструктуры в ходе холодной прокатки и последующего старения образцов с исходным крупнозернистым или ультрамелкозернистым состоянием.

В **четвертой главе** излагаются результаты исследований влияния прокатки, РКУП и последующего старения на механические свойства сплавов Cu-0.5Cr и Cu-0.5Cr-0.2Zr. Полученные результаты анализируются с учетом результатов структурных исследований. Показано, что наилучшее сочетание прочности и пластичности в сплаве Cu-0.5Cr достигается после обработки, включающей 2 прохода РКУП, холодную прокатку со степенью обжатия 90% и старение при 425°C в течение 40 минут ($\sigma_B = 490 \pm 15$ МПа, $\sigma_{0.2} = 465 \pm 10$ МПа и $\delta = 22 \pm 2$ %), а в сплаве Cu-0.5Cr-0.2Zr - после обработки, включающей 4 прохода РКУП, холодную прокатку со степенью обжатия 60% и старение при 450°C в течение 1 часа ($\sigma_B = 700 \pm 10$ МПа, $\sigma_{0.2} = 680 \pm 10$ МПа и $\delta = 18 \pm 2$ %). Проведена оценка вкладов различных механизмов в упрочнение. В обоих сплавах наилучшее сочетание прочности и пластичности достигнуто в результате формирования микроструктуры, в которой основным фактором, способствующим формированию высокопрочного состояния, является дисперсионное упрочнение.

Пятая глава посвящена изучению влияния термомеханической обработки на электропроводность, а также анализу кинетики распада пересыщенного твердого раствора. Показано, что наибольший вклад в электросопротивление дают атомы растворенных в медной матрице легирующих элементов. Наилучшая проводимость достигается в результате старения.

В **заключении** сформулированы основные результаты исследования, свидетельствующие о выполнении поставленных задач.

Список литературы включает 180 наименований.

В Приложении приведен акт внедрения результатов диссертационной работы в учебном процессе.

Научная новизна результатов диссертационной работы

Установлены закономерности формирования наноструктурных состояний в образцах, подвергнутых РКУП, холодной прокатке и старению, отличающиеся тем, что при увеличении степени деформации РКУП последующая прокатка и старение приводят к формированию двух типов наноструктуры с различной дислокационной субструктурой. Принципиальными отличиями наноструктур являются размер зерен/субзерен, пространственное распределение дислокаций и наночастиц вторых фаз, а также их морфология.

Предложена и обоснована феноменологическая модель формирования наноструктуры в процессе холодной прокатки и последующего старения. Модель отличается тем, что учитывает характер сформированной дислокационной субструктуры и состояние границ зерен в ходе холодной прокатки медных сплавов в наноструктурном состоянии.

Установлено, что формирование наноструктурных состояний в образцах, подвергнутых РКУП, холодной прокатке и старению приводит к изменению кинетики зарождения и роста наноразмерных частиц вторых фаз, отличающейся аномально высокой скоростью распада пересыщенного твердого раствора, за счет ускорения диффузионных процессов, а именно, уменьшения энергии активации выделения и роста наноразмерных частиц.

Практическая значимость полученных результатов

Определена предельная степень деформации дисперсионно-твердеющих сплавов системы Cu-Cr и Cu-Cr-Zr для получения листов и лент с рациональным сочетанием прочности и электропроводности. Установлено, что необходимым условием для получения оптимального сочетания прочности и электропроводности в сплавах Cu-0.5Cr и Cu-0.5Cr-0.2Zr, является достижение в образце степени деформации от 3 до 5 перед последующим старением.

Определены режимы РКУП, холодной прокатки и последующего старения дисперсионно-твердеющих сплавов систем Cu-Cr и Cu-Cr-Zr, обеспечивающие возможность получения лент с повышенными физико-механическими свойствами в сплаве Cu-0.5Cr ($\sigma_B = 500 \pm 15$ МПа, $\delta = 15 \pm 1$ %, 75 ± 2 % IACS) и в сплаве Cu-0.5Cr-0.2Zr ($\sigma_B = 700 \pm 10$ МПа, $\delta = 18 \pm 2$ %, 73 ± 2 % IACS). Разработанные режимы обеспечивают возможность достижения наноструктурного состояния, характеризующегося однородной наноструктурой с дисперсными выделениями наночастиц размером 6-8 нм для сплавов Cu-0.5Cr и Cu-0.5Cr-0.2Zr, соответственно.

Достоверность результатов и обоснованность выводов, полученных в диссертационной работе, определяется большим массивом экспериментальных данных, полученных с использованием современных взаимодополняющих методов исследований и испытаний материалов. Сделанные в работе выводы логически обоснованы, подтверждены экспериментально и не противоречат известным научным данным.

Содержание диссертации соответствует пункту 2 «Структурные, морфологические и механические свойства наноматериалов и композитных структур на их основе» паспорта специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы»

Содержание автореферата Е.А. Саркеевой соответствует содержанию диссертации.

Основное содержание диссертации представлено в 18 научных публикациях, в том числе - 7 статьях в реферируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК, либо в научных изданиях, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus.

Основные результаты, выводы, положения и рекомендации работы докладывались и обсуждались на 10-и российских и международных конференциях.

По диссертационной работе имеются следующие вопросы и замечания:

1. На мой взгляд, было бы полезно в литературном обзоре более подробно проанализировать результаты исследований структуры и свойств хромистых и хромциркониевых бронз после РКУП, КВД и последующего старения, выполненных в ИМЕТ РАН под руководством профессора С.В. Добаткина. В диссертации есть три ссылки на эти работы [14, 15] и [25], но подробный анализ отсутствует.
2. Не очень понятно, почему для сплавов Cu-Cr использовался маршрут Вс, а для Cu-Cr-Zr – маршрут А. Выбор маршрута А для сплава Cu-Cr-Zr удивляет, поскольку в литературном обзоре на основании анализа результатов работы [25] сделан вывод, что оптимальным является маршрут Вс.
3. Во второй главе указано, что температуру старения варьировали от 300°C до 550°C с временем выдержки от 10 до 300 минут. Однако в главах 3 и 4 упоминается только один вариант старения: 425°C, 40 минут. В главе 5, судя по рисунку 5.7, исследовался интервал температур 400-500°C. Нужно уточнить исследованные в работе режимы старения.
4. Сравнение рисунков 3.4 и 3.6 показывает, что в исходном состоянии на дифрактограмме были все пики, а после старения при 425°C остались только 2 – (111) и (311). В результате старения появилась текстура или просто представлена не та рентгенограмма?
5. На основании рис. 3.7а трудно сделать вывод об увеличении размеров ОКР во время старения.
6. Автор называет структуру с размером зерен/субзерен 200-300 нм наноструктурой. В отечественной и мировой литературе более принято называть наноструктурными (нанокристаллическими) материалы с размером структурных элементов менее 100 нм, и при размерах 200-900 нм применяют термин субмикроструктурная (СМК) структура.
7. Известно, что при ИПД могут образовываться неравновесные границы зерен, а также зернограницные сегрегации. При этом и сами неравновесные границы, и зернограницные сегрегации могут влиять на упрочнение, но при анализе различных вкладов в упрочнение это игнорируется.
8. Имеется некоторое количество неточностей и опечаток. Например, на рисунке 4.2а приведены две зависимости и не понятно, какая к чему относится. На стр. 102: «Упрочнение при 8 проходах РКУП ($\epsilon=9,2$) сопровождается снижением пластичности от $42 \pm 2 \%$ до $12 \pm 2 \%$ ». Это противоречит табл. 4.3 и следующей фразе: «Исключение наблюдается после 8 проходов РКУП, когда относительное удлинение составляет $15 \pm 1 \%$ ». Стр. 103: «Значение временного сопротивления и предела текучести в состоянии РКУП8+ТО остается неизменным». Но это не совсем так. После РКУП $\sigma_B = 475$ МПа, $\sigma_{0,2} = 450$ МПа (табл. 4.3), а после РКУП+ТО $\sigma_B = 460$ МПа, $\sigma_{0,2} = 430$ МПа (табл. 4.4).

Отмеченные вопросы и замечания не снижают общей высокой положительной оценки диссертационной работы. В ней содержится решение научной задачи достижения повышенных физико-механических свойств в тонких лентах из сплавов

Cu-0.5Cr и Cu-0.5Cr-0.2Zr, имеющей важное значение для развития нанотехнологий и получения объемных наноматериалов с высокими свойствами.

Считаю, что диссертационная работа «Повышенные функциональные свойства холоднокатаных наноструктурных дисперсионно твердеющих медных сплавов систем Cu-Cr и Cu-Cr-Zr» является законченной научно-квалификационной работой, и полностью удовлетворяет требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 (с последующими изменениями), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Саркеева Елена Александровна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 2.6.6 нанотехнологии и наноматериалы.

Официальный оппонент:

главный научный сотрудник ИФМ УрО РАН,

заслуженный деятель науки РФ,

доктор технических наук, профессор

Попов Владимир Владимирович

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН).

Почтовый адрес: 620108, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.

Тел. +7 (343) 378-38-41

E-mail: vporov@imp.uran.ru

Докторская диссертация защищена

по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов

