

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР



"Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина"

ГНЦ ФГУП "ЦНИИчермет им. И.П. Бардина"

105005 г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2
Тел.: +7 (495) 777-93-01; факс: +7 (495) 777-93-00
e-mail: chermet@chermet.net
www.chermet.net

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель генерального директора
ГНЦ ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина»

Г.Н. Еремин

«06» 09 2021г.

«06» 09 2021 год № 2834-4/17
на № от

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ
на диссертационную работу Карелина Романа Дмитриевича
«Формирование структуры и функциональных свойств никелида
титана на основе квазинепрерывной интенсивной пластической деформации в
цикле Р.К.У.П. и ротационной ковки», представленную
на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертационной работы:

Бинарные сплавы с памятью формы на основе Ti-Ni (СПФ Ti-Ni) являются широко востребованными функциональными материалами. По сравнению с другими сплавами, проявляющими эффект памяти формы, никелид титана обладает целым рядом преимуществ, например, высокими прочностными и пластическими характеристиками, высокими значениями реактивных напряжений, высокой коррозионной стойкостью и сравнительно высокой технологичностью. При этом усложнение современных конструкций и устройств, действующих на основе эффекта памяти формы, приводит к непрерывному повышению требований к комплексу свойств данной группы сплавов.

Известно, что максимальные свойства в СПФ Ti-Ni могут быть получены при формировании полностью нанокристаллической структуры (НКС), формирование которой в первую очередь связывают с применением интенсивной пластической (мегапластической) деформации (ИПД), например, кручением под высоким давлением, прокаткой тонких полос, равноканальным угловым прессованием (РКУП) и др. Наибольшее распространение среди методов ИПД, используемых для обработки объемных заготовок из различных материалов, получило РКУП, однако применение его традиционных режимов не позволяет получить в

объемной заготовке СПФ Ti-Ni НКС, обеспечивая лишь формирование субмикрокристаллической с размером структурных элементов 150-250 нм. Отсутствие технологической возможности формирования НКС в объемных и длинномерных образцах СПФ Ti-Ni ограничивает область их практического использования. Это даёт основание считать диссертацию Р.Д. Карелина, посвященную поиску новых режимов термомеханической обработки, включающих РКУП и ротационную ковку при пониженных температурах деформации, для решения задача получения НКС и улучшения комплекса свойств объемных/длинномерных образцов СПФ Ti-Ni весьма **актуальной**.

Структура и содержание диссертационной работы:

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, выводов, 2 приложений и списка использованных источников из 132 наименований, изложена на 129 страницах формата А4, содержит 68 рисунков и 18 таблиц.

Целью диссертационной работы является изучение возможности использования новых режимов ТМО, включающих ИПД методами РКУП и РК при пониженных температурах деформации для формирования НК структуры в объемных образцах СПФ Ti-Ni; определить особенности влияния исследуемых режимов ТМО на деформационное поведение, формирование структуры и комплекса механических и функциональных свойств СПФ системы Ti-Ni.

Для достижения цели автором диссертации были поставлены и успешно решены следующие **задачи**:

- Проведение ТМО СПФ Ti-Ni методами РКУП в квазинепрерывном (без подогревов между проходами) режиме в интервале температур, перспективных для формирования НК структуры, РК при пониженных по сравнению с классическими температурах деформации, а также комбинированных обработок, включающих РКУП и РК.
- Проведение ТМО СПФ Ti-Ni методом РКУП с использованием специальных оболочек при пониженных температурах деформации.
- Проведение комплексного анализа формирования структуры и фазовых превращений после ТМО по исследуемым режимам с использованием методов рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии и дифференциальной сканирующей калориметрии.
- Определение закономерностей формирования комплекса механических и функциональных свойств после применения исследуемых режимов ТМО с использованием

методов ДСК, измерения твердости, механических испытаний на растяжение и функциональных термомеханических испытаний.

- Изучение влияния ПДО на стабильность сформированного структурного состояния и комплекса свойств в результате применения исследуемых режимов ТМО.

- Разработка рекомендаций по выбору температурно-деформационных режимов ТМО и ПДО, позволяющих получить качественную заготовку с НК или другой заданной структурой и обеспечивающих реализацию максимально достижимого комплекса функциональных характеристик в объемных полуфабрикатах СПФ Ti-Ni, на основании анализа и обобщения результатов исследований.

Во введении формулируется цель и задачи исследования, обосновывается актуальность проведения диссертационной работы, ее научная новизна и практическая значимость, представлены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен подробный аналитический обзор литературы по современному состоянию рассматриваемой области исследований, в котором детально описаны механизмы эффекта памяти формы, представлены результаты исследований в области применения традиционных и новых режимов термомеханической обработки, используемых для формирования требуемого структурно-фазового состояния СПФ Ti-Ni. Показана целесообразность проведения исследований по поиску новых режимов деформации, обеспечивающих формирование в объемных образцах СПФ Ti-Ni нанокристаллической структуры и реализации максимально высокого комплекса функциональных свойств.

В второй главе отражены используемые в работе материалы и методы исследования. В качестве объекта исследований был выбран нестареющий сплав Ti-Ni околоэквиатомного состава. В рамках работы было проедено исследование широкого спектра различных режимов ТМО, включающей ИПД методами РКУП и ротационной ковки при пониженных температурах деформации, а также, РКУП в специализированной оболочке. Следует отметить, что для исследования структурно-фазового состояния в работе использовались самые современные методы анализа, такие как: дифференциальная сканирующая калориметрия, рентгеновская дифрактометрия, просвечивающая электронная микроскопия. Также с целью выявления влияния режимов ТМО на физико-механические свойства сплава в работе проводились измерения механических и функциональных свойств путем проведения испытаний на растяжение, измерения Твердости и термомеханического метода определения величины полностью обратимой деформации при деформации изгибом.

В третьей главе проведены результаты исследования влияния различных режимов РКУП в квазинепрерывном режиме (КН РКУП) на формирование структуры и комплекса

свойств СПФ Ti-Ni. В качестве основного результата следует выделить, что применение КН РКУП при температуре 400 °С за 7 проходов с углом пересечения каналов 120° позволило сформировать в объемной заготовке СПФ Ti-Ni смешанную нанокристаллическую структуру со средним размером структурных элементов около 100 нм, чего не удавалось достичь ранее при применении РКУП в традиционном режиме. Формирование смешанной нанокристаллической структуры позволило обеспечить увеличение значения максимальной полностью обратимой деформации до 7,3 % без ПДО и до 9,5 % с ПДО при температуре 400 °С, 1 ч.

В четвертой главе представлены результаты исследования влияния различных режимов ротационной ковки (РК) при пониженных температурах деформации и комбинированных ТМО на формирование структуры и свойств СПФ Ti-Ni, а также приведено обобщение полученных результатов и представлена технологическая схема получения объемных и длинномерных полуфабрикатов СПФ Ti-Ni с повышенным комплексом функциональных свойств. В зависимости от требуемого конечно диаметра полуфабриката были выбраны три основных технологических схемы, обеспечивающие получения качественно заготовки с улучшенным комплексом свойств, а именно РКУП в КН режиме с углом пересечения каналов 110 или 120°, количеством проходов не менее 5 и температурой деформации от 450 до 400 °С, для получения полуфабриката диаметром 20 мм, комбинацию КН РКУП по вышеприведенной схеме и ТРК при температуре от 400 до 450 °С и с относительной степенью деформации за проход 1-5 % для получения полуфабрикатов диаметром от 20 до 8 мм, и ТРК с диаметра 12 мм при температуре 350 °С с относительной степенью деформации за проход не более 5 % для получения полуфабрикатов диаметром от 8 до 3 мм. Так же в данной главе сделан важный вывод о необходимости использования ПДО при температуре деформации в качестве заключительной операции после всех режимов ТМО.

В пятой главе показана возможность проведения РКУП СПФ Ti-Ni при пониженных температурах деформации с использованием специальных оболочек. Данная схема ТМО металлических материалов особенна интересна, так как пока является малоизученной. В ходе проведения исследований в работе был установлен наиболее предпочтительный материал оболочки – технически чистое железо. Также было установлено, что температура деформации 200 °С, является минимальной с точки зрения получения бездефектной заготовки. Проведение РКУП в специальной оболочке из технически чистого железа заготовки СПФ Ti-Ni диаметром 12 мм при данной температуре за один проход приводит к формированию в СПФ Ti-Ni полосчатой деформационной структуры со средним поперечным размером деформационных полос 95 ± 10 нм, а также позволяет заметно увеличить механические свойства сплава (предел прочности до 1200 МПа, предел текучести до 1045 МПа). Анализ диссертационной работы Р.Д.

Карелина показывает, что им получен большой объём оригинальных результатов и эффективно использованы современные методы исследований. Не вызывает сомнений **научная новизна** диссертационной работы, заключающаяся в следующем:

- Изучены и объяснены особенности влияния различных режимов квазинепрерывной деформации методом РКУП и РК, а также их комбинаций, на формирование структуры и функциональных свойств объемных полуфабрикатов СПФ Ti-Ni.
- Использование квазинепрерывных режимов РКУП позволило сформировать в объемных заготовках СПФ Ti-Ni нанокристаллическую (смешанную нанозеренную и наносубзеренную) структуру.
- Установлено преимущество квазинепрерывного режима проведения РКУП по сравнению с традиционным периодическим РКУП, заключающееся в формировании в объемных образцах околоэквиатомных сплавов Ti-Ni нанокристаллической структуры и соответствующем повышении комплекса свойств, недостижимых в случае традиционного РКУП.
- Показана возможность формирования смешанной субмикрокристаллической структуры в случае проведения РК при пониженной до 350 °C температуре деформации.

Практическая ценность работы заключается в определении режимов квазинепрерывной деформации методом РКУП и РК, а также их комбинаций, позволяющих сформировать в объемных полуфабриката СПФ Ti-Ni ультрамелкозернистую, в т.ч. нанокристаллическую структуру, обеспечивающую соответствующее повышение комплекса механических и функциональных свойств, недостижимое в случае традиционных термомеханических обработок. Предложенные оптимальные режимы ТМО использованы при оптимизации технологии производства прутков СПФ Ti-Ni с повышенным уровнем свойств в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

Достоверность результатов обеспечивается большим объемом данных, полученных с использованием современного научно-исследовательского и технологического оборудования, применением статистического анализом при обработке полученных результатов и отсутствием противоречий с имеющимся результатами изучения особенностей термомеханической обработки СПФ Ti-Ni зарубежными и отечественными исследователями.

Результаты диссертационной работы обсуждены на различных конференциях всероссийского и международного уровней и достаточно полно опубликованы в 8 печатных

работах, из них 7 в изданиях, рекомендованных ВАК и индексируемых в базах Web of Science и/или Scopus.

Рекомендации по использованию результатов диссертации:

Научные результаты, полученные в диссертации, и основные положения, выносимые на защиту, могут быть использованы при производстве промышленных полуфабрикатов СПФ Ti-Ni околоэквиатомного состава с улучшенным комплексом свойств, а также при проведении новых научных исследований сплавов с эффектом памяти формы, для развития возможностей управления функциональными свойствами СПФ Ti-Ni путем формирования заданной, в т.ч. нанокристаллической структуры, а также в качестве учебного материала в курсах лекций по металловедению и термической обработке металлов и сплавов.

Автореферат диссертационной работы полностью соответствует ее содержанию. Диссертационная работа написана в хорошем стиле с большим количеством графических материалов, описывающих результаты работы. Содержание работы соответствует поставленной цели, все поставленные задачи в работе выполнены.

По содержанию и оформлению работы можно сделать следующие **замечания и предложения:**

1. В работе автор не провёл оценку функциональных свойств СПФ Ti-Ni при растяжении, данные проведенных экспериментов были использованы только для определения механических свойств.
2. В работе автор, основываясь на электронно-микроскопических снимках, говорит о плотности дислокаций, не описывая методики её определения. Не понятно, являются ли эти значения оценочными или расчетными.
3. В работе автором не описаны эффекты, связанные со старением при ТМО, которые могут протекать в сплаве, содержащем 50,2 ат.% Ni
4. Из работы в явном виде не следует, являются ли результаты, полученные для околоэквиатомных сплавов никелида титана, применимыми и для заэквиатомных сплавов.

Перечисленные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации. Диссертация написана автором самостоятельно и содержит новые научные и практические результаты. Публикации в полной мере отражают содержание работы.

Заключение.

Диссертационная работа «Формирование структуры и функциональных свойств никелида титана на основе квазинепрерывной интенсивной пластической деформации в цикле Р.К.У.П. и ротационной ковки» по своему теоретическому и экспериментальному уровню, актуальности, объему работы, научной новизне и практической значимости полученных результатов соответствует требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете "МИСиС", предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, а ее автор Карелин Роман Дмитриевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 — «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Диссертационная работа Карелина Романа Дмитриевича «Формирование структуры и функциональных свойств никелида титана на основе квазинепрерывной интенсивной пластической деформации в цикле Р.К.У.П. и ротационной ковки» заслушана и обсуждена на заседании объединенного Научно-технического совета Научного центра металловедения и физики металлов и Научного центра прецизионных сплавов и специальных материалов ГНЦ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина», протокол № 2 от 3 сентября 2021 года.

Зам. директора НЦМФМ ГНЦ ФГУП
«ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»
к.т.н..

 А.И. Ковалев

Директор НЦПССМ ГНЦ ФГУП
«ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина»,
к.ф-м.н.



В.В.. Соснин

Данные о ведущей организации:

Государственный научный центр Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ГНЦ ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина») 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр.2 тел.: +7(495)777-93-01, эл. почта: chermet@chermet.net