



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ



Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Алтайский государственный университет»
пр-т Ленина, 61, г. Барнаул, 656049
Тел. (385-2) 291-291. Факс (385-2) 66-76-26
E-mail: rector@asu.ru

ОГРН 1022201770106 ИНН 2225004738/КПП 222501001
л/с 20176U88990 ОКПО 02067818
р/с 40501810401732000002 в ОТДЕЛЕНИЕ БАРНАУЛ г. Барнаул
ФГБОУ ВО «Алтайский государственный университет»
БИК 04 0173001

08.06.2017 № 10-2-21/05/3162
на № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ:

И.О. проректора по научному
и инновационному развитию
ФГБОУ ВО
«Алтайский государственный
университет»

Е.С. Попов

«08» июня 2017 г.



Отзыв ведущей организации

Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Алтайский государственный университет» на диссертационную работу Линдерова Михаила Леонидовича «Идентификация механизмов и кинетики релаксации напряжений при деформации модельных ТРИП/ТВИП сталей методом кластерного анализа акустической эмиссии», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 физика конденсированного состояния

Диссертационная работа Линдерова М.Л. посвящена исследованию механизмов деформации в так называемых ТРИП/ТВИП сталях и их идентификации методом акустической эмиссии. При деформировании ТРИП/ТВИП сталей протекают различные элементарные процессы, таких как дислокационное скольжение, двойникование, образование дефектов упаковки и мартенситные превращения, сопровождающиеся акустической эмиссией. С помощью математических алгоритмов кластерного анализа массив сигналов акустической эмиссии разделяется на отдельные группы, которые соотносятся с доминирующим механизмом релаксации напряжений при пластической деформации сталей. Таким образом, с помощью современного метода кластерного анализа акустической эмиссии изучена кинетика и основные механизмы релаксации напряжений при деформации.

Актуальность темы диссертации

Повышения прочности конструкционных материалов, основными из которых в настоящее время являются стали, относится к важнейшей проблеме современного материаловедения. Однако различные виды термообработки и деформационного упрочнения, лежащие в основе повышения прочности, в большинстве случаев приводят к снижению пластических свойств материалов. Высокие прочностные и пластические свойства характерны для сталей с ТРИП/ТВИП эффектами, в которых благоприятный комплекс прочностных и пластических свойств формируется непосредственно в ходе деформирования за счет реализации дислокационным скольжением одновременно с двойникованием, образованием дефектов упаковки, протеканием деформационного мартенситного превращения. В этой связи управление кинетикой указанных процессов позволяет получать широкий диапазон пластических и прочностных свойств сталей.

Входящий ИФСМ
№ 609
от 15.06.2017

Изучение дислокационной, двойниковой и мартенситной структур, характеризующих релаксационные процессы, в деформируемом материале традиционно осуществляется просвечивающей и сканирующей электронной микроскопией. В то же время кинетика деформирования может быть изучена только в реальном масштабе времени, когда традиционные методы неприменимы. Решение проблемы возможно при использовании метода акустической эмиссии. Элементарные процессы, протекающие при пластической деформации сталей, сопровождаются акустическим излучением, в котором поток акустических сигналов имеет специфический частотный диапазон и спектральную плотность, характерную для каждого вида элементарных процессов. Таким образом, разделяя массив фиксируемых сигналов акустической эмиссии на отдельные группы, можно каждую из них соотнести с доминирующим механизмом релаксации напряжений и контролировать кинетику и механизмы релаксации напряжений при деформации сталей.

В связи с вышесказанным диссертационная работа Линдерова М.Л. является актуальной не только в фундаментальной области, но и в прикладных задачах контроля пластичности и прочности материалов.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертационная работа Линдерова М.Л. состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 138 наименований. Работа изложена на 117 страницах, содержит 68 рисунков и 8 таблиц.

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, показана научная новизна и практическая значимость работы, и сформулированы положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен обзор литературных данных, касающихся производства и свойств метастабильных ТРИП/ТВИП сталей. Проведен анализ особенностей деформации и разрушения и процессов дислокационного скольжения, двойникования, мартенситных превращений в этих сталях. Описан метод акустической эмиссии, рассмотрена связь процессов, протекающих при деформации ТРИП/ТВИП сталей, таких как дислокационное скольжение, двойникование и мартенситное превращение, с параметрами АЭ.

В заключительном разделе главы приведены выводы, сформулированные на основе литературного обзора.

Во второй главе приведено описание исследуемых сталей и их физико-механических свойств. Представлены описания используемого оборудования, методы исследования.

В качестве объекта исследования выбраны высоколегированные нержавеющие стали 16Cr6Mn3N, 16Cr6Mn6Ni, 16Cr6Mn9N, химический состав которых обеспечивал различную стабильность аустенита за счет изменения содержания никеля от 3 до 9 %. Для этих сталей температура начала мартенситного превращения составляла 60, -30, -40 °С соответственно, а энергия дефектов упаковки составила соответственно 2,8 - 8,8 (мДж/м²) для стали 16Cr6Mn3N, 9,6 - 15,6 (мДж/м²) для стали 16Cr6Mn6Ni и 15,4 - 21,4 (мДж/м²) для стали 16Cr6Mn9N.

Описана методика механических испытаний, а также основные методы по исследованию микро- и макроструктуры и изломов образцов после разрушения. Испытания на одноосное растяжение проводились на гидравлической машине Zwick 1476. Усталостные испытания осуществлялись на гидравлической машине Instron 8802. Исследование микроструктуры проводилось на сканирующем электронном микроскопе MIRA 3 XMU TESCAN с полевым катодом и детектором вторичных и отраженных электронов, а также использовалась технология кристаллографического (EBSD) анализа для изучения мартенситных превращений. Исследование микроструктуры проводилось при помощи конфокального лазерного сканирующего микроскопа Olympus LEXT.

Регистрацию акустической эмиссии (потока сигналов) при испытании на одноосное растяжение вели датчиками PAC WD FQ42 и Fuji Ceramics 1045D в полосе частот 30 - 1000 кГц, а исследование акустической эмиссии в ходе роста усталостной трещины проводили с помощью датчика MSAE WB-1300 (Microsensors) в полосе частот 50 - 1000 кГц.

Записанный поток сигналов акустической эмиссии разделяли на “кадры, для каждого из которых проводилось быстрое Фурье преобразование и вычислялась функция спектральной плотности, а также вычислялись значения энергии акустической эмиссии и медианной частоты f_m . Затем разделяли сигналы акустической эмиссии на кластеры для идентификации элементарных процессов пластической деформации. Процедура кластеризации подразумевает уменьшение внутрикластерных расстояний и увеличение межкластерных расстояний для наиболее явного различия между ними.

В третьей главе представлены результаты кластерного анализа кинетики процессов, протекающих при одноосном растяжении в CrMnNi сталей с содержанием никеля 3, 6 и 9 % при температурах 20 и 100 °С.

Процедура кластерного анализа потока сигналов акустической эмиссии при деформации растяжением стали 16Cr6Mn9Ni выявила два кластера, которым отвечают процессы дислокационного скольжения и двойникования. Для этой стали характерно активное двойникование при механическом нагружении уже при малых деформациях.

Данные кластерного анализа находятся в хорошем согласии с микроструктурными исследованиями с использованием высокоразрешающей электронной микроскопии, согласно которым выявлено значительное (с 31% до 15%) снижение концентрации двойников при увеличении температуры механических испытаний.

При растяжении стали 16Cr6Mn6Ni кластерный анализ акустической эмиссии выявил четыре группы сигналов, различающихся функцией спектральной плотности, которым соответствуют процессы дислокационного скольжения, образование дефектов упаковки (ϵ -мартенсита), мартенситные α' -превращение и двойникование. С повышением температуры до 100 °С наблюдается смена механизмов релаксации напряжений от мартенситного превращения к двойникованию.

Снижение энергии дефектов упаковки в стали 16Cr6Mn3Ni приводит к интенсивному мартенситному превращению при механическом растяжении образцов. Мартенситное α' -превращение осуществляется через промежуточное ϵ -мартенситное превращение. Кластерный анализ потока сигналов акустической эмиссии выявил две группы сигналов при комнатной температуре и три группы сигналов акустической эмиссии при температуре 100 °С, которые были соотнесены с образованием дефектов упаковки (ϵ -мартенситное превращение), α' -мартенситным превращением и дислокационным скольжением. При 100 °С интенсивность мартенситного превращения уменьшается.

Результаты кластерного анализа совпадают с микроструктурными исследованиями сталей.

В четвертой главе методом акустической эмиссии с использованием процедуры кластерного анализа проведены исследования кинетики роста усталостной трещины в метастабильных сталях. В стали 16Cr6Mn3Ni в ходе усталостных испытаний было выделено две группы сигналов акустической эмиссии, обусловленные скачками вязкой трещины и двойникованием в пластической зоне перед её вершиной. С помощью конфокальной лазерной сканирующей микроскопии установлено, что отклонение от равномерного роста кластера, сопоставленного с образованием двойников, начинается одновременно с ветвлением усталостной трещины и увеличением размера пластической зоны перед её вершиной, где возможно двойникование.

В стали 16Cr6Mn6Ni как при 20 °С так и при -40 °С кластерный анализ акустической эмиссии позволил выделить четыре группы акустических сигналов, связанные со скачками трещины, образованием дефектов упаковки (ϵ -мартенситное превращение), α' -мартенситным превращением и двойникованием.

В ходе роста усталостной трещины в стали 16Cr6Mn3Ni выявлено три группы сигналов, которым можно поставить в соответствие скачки трещины, ϵ -мартенситное превращение (движение частичных дислокаций в терминах автора) и α' -мартенситное превращение. Характерно, что для данной стали при понижении температуры механизм мартенситного превращения реализуется по типу аустенит→мартенсит без промежуточного γ → ϵ превращения, что хорошо отображает единичный кластер.

Новизна исследований и полученных результатов

В рецензируемой диссертационной работе экспериментально показано, что функция спектральной плотности сигналов акустической эмиссии, используемая для их распределения на кластеры, позволяет эффективно идентифицировать элементарные процессы, протекающие в ходе деформации метастабильных $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$ сталей с концентрацией никеля от 3 до 9 %, анализировать последовательность их проявления и кинетику в зависимости от величины деформации.

Так в стали $16\text{Cr}6\text{Mn}9\text{Ni}$ при двух температурах деформирования (комнатной и $100\text{ }^{\circ}\text{C}$) доминирующий механизм релаксации напряжений является двойникование. Для стали $16\text{Cr}6\text{Mn}6\text{Ni}$ с 6% Ni при комнатной температуре ведущим механизмом релаксации напряжений являются мартенситные превращения, а при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ – двойникование, в то время как для стали $16\text{Cr}6\text{Mn}3\text{Ni}$ мартенситное превращение является ведущим механизмом релаксации напряжений при обеих температурах. Характерно, что мартенситные превращения представляют собой превращения ГЦК-решетки в решетки ГПУ и ОЦК (здесь ГПУ – гексагональная решетка пакетов ϵ -фазы, ОЦК – объемноцентрированная решетка α' -фазы), причем α' -превращение протекает через промежуточную ϵ -фазу и в стали с 6% Ni и в стали с 3% Ni. Дислокационное скольжение присутствует во всех исследуемых сталях.

Показано, что совокупная акустическая энергия кластера, связанного с мартенситными превращениями, линейно коррелирует с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов.

Кластерным анализом акустической эмиссии установлена кинетика ведущих механизмов релаксации напряжений, сопровождающих рост усталостной трещины для метастабильных сталей с содержанием никеля 3 – 9 % при комнатной температуре, показано, что рост трещины сопровождается формированием нескольких кластеров акустической эмиссии, обусловленных скачками трещины, двойникованием, ϵ -мартенситным превращением и α' -мартенситным превращением. Сопротивление распространению трещины существенно зависит от стабильности аустенитной структуры стали.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений соискателя, сформированных в диссертации

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений обеспечивается проведенным анализом литературных данных, правильно поставленной целью исследования, а также корректностью постановки исследовательских задач. В работе используются классические, хорошо апробированные экспериментальные методики, например, анализ пластических свойств сталей в условиях одноосного растяжения на гидравлической машине Zwick 1476 и гидравлической машине Instron 8802. Анализ потока сигналов акустической эмиссии в ходе пластической деформации метастабильных сталей осуществлялся высокоэффективным кластерным анализом с использованием функции спектральной плотности акустических сигналов, позволяющим идентифицировать элементарные механизмы пластического деформирования – дислокационное скольжение, двойникование, мартенситные ϵ - и α' -превращения, обеспечивающие релаксацию напряжений. Эти выводы подтверждены микроструктурными исследованиями, проведенными на сканирующем электронном микроскопе MIRA 3 XMU, TESCAN с использованием технологии кристаллографического (EBSD) анализа и конфокального лазерного сканирующего микроскопа Olympus LEXT.

Следует также отметить, что достоверность полученных результатов определяется и воспроизводимостью полученных результатов, которые подтверждаются сопоставлением с литературными данными.

Значимость для науки и практики выводов и рекомендаций диссертанта

В работе Линдерова М.Д. проведено исследование базовых элементарных процессов при пластической деформации и разрушении метастабильных аустенитных мартенситных сталей. Методом кластерного анализа потока сигналов акустической эмиссии установлена последовательность проявления и кинетика протекания дислокационного скольжения,

двойникования и мартенситных превращений, где мартенситные превращения представляют собой некоторую последовательность ϵ - и α' -мартенситных превращений аустенита. Развитие усталостной трещины сопровождается протеканием этих же базовых процессов в ее вершине в пластической зоне.

Методика анализа непрерывного потока сигналов акустической эмиссии, позволяет изучать в реальном масштабе времени кинетику базовых механизмов деформации, протекающих в метастабильных сталях, и может быть применима к другим классам материалов. Полученные данные о кинетике базовых (основных) механизмов деформации в модельных метастабильных сталях могут быть использованы при разработке новых метастабильных сталей с заданным комплексом физико-механических свойств. Применяемые в диссертационном исследовании подходы к работе с большими массивами данных по акустической эмиссии могут быть использованы на практике в качестве метода неразрушающего контроля металлов и сплавов.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям

Диссертация соискателя характеризуется внутренней логикой представленных результатов, подчинена общей цели, хорошо обосновывает идею о вкладе базовых элементарных механизмов пластичности и их последовательности в накопление деформации в метастабильных сталях.

Результаты, полученные соискателем, имеют существенное значение для физики конденсированного состояния. Выводы, а также положения, выносимые на защиту, обладают научной новизной и практической значимостью. Диссертация свидетельствует о значительном личном вкладе автора в развитие науки. Публикации полностью отражают основное содержание диссертации. Общее число публикаций по теме диссертации составляет 13 и включают в себя публикации в рецензируемых научных изданиях, статьи и тезисы конференций. Число публикаций в журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ, составляет 5.

Соответствие автореферата диссертации

Содержание диссертации и автореферата полностью соответствуют друг другу.

Замечания по диссертации

1. В работе при проведении литературного анализа автор не критичен по отношению к цитируемым данным. Например, на 37 стр. диссертации перечислены дислокационные источники акустической эмиссии, где в пункте (1) источник, связанный с отрывом дислокаций от точек закрепления. Однако согласно работ Нацика В.Д. и Бойко В.С., на которые автор ссылается, единственный механизм формирования акустического сигнала при пластической деформации – выход дислокаций на поверхность, само же кооперативное скольжение дислокаций (пункт 4) не приводит к генерации акустических сигналов, а вот выход такого дислокационного ансамбля на поверхность кристалла генерирует акустический импульс большой амплитуды. Именно эти авторы сформулировали идеологию акустического переходного излучения (аналог переходного излучения в оптике) при переходе дислокаций через границу двух сред.

2. На стр. 38 автор анализирует двойниковый механизм акустической эмиссии, противопоставляя его дислокационному механизму. Однако, хорошо известно, что появление деформационного двойника связано с выходом на поверхность ансамбля двойникующих дислокаций (согласно Бойко В.С. и Нацика В.Д. их число велико $10^3 - 10^4$), представляющих собой когерентный ансамбль первичных источников акустической эмиссии, формирующих единичный акустический сигнал большой амплитуды.

3. Автор схематично изложил суть метода кластерного анализа потока сигналов акустической эмиссии, ограничившись написанием формул (11) и (12) на стр. 55. Схематичность не позволяет выяснить алгоритм кластерного анализа.

4. О какой не дислокационной природе акустической эмиссии в исследуемых сталях пишет автор на стр. 62 диссертации, если даже двойникование имеет дислокационную

природу, а мартенситные превращения в сталях сопровождаются фазовым наклепом, то есть упрочнением за счет накопления полных дислокаций.

5. Что означает фраза о насыщении дислокациями деформируемой поверхности на стр. 65? Если материал накапливает деформацию, то дислокации не накапливаются, а выходят на поверхность и исчезают, оставляя ступеньку величиной, равной вектору Бюргерса. Накопление дислокаций, по-видимому, идет в приповерхностных слоях.

6. Рассуждения автора о движении частичных дислокаций и высокоамплитудной акустической эмиссии при деформировании стали 16Cr6Mn3Ni на стр. 77-80 диссертации противоречат его же утверждению о низкоэнергетичной акустической эмиссии, связанной с дислокационным скольжением. Частичные дислокации являются результатом расщепления полной дислокации на частичные, характеризуемые векторами Бюргерса, векторная сумма которых равна вектору Бюргерса полной дислокации. Как выход частичной дислокации, создающей сдвиг меньший, чем сдвиг при выходе на поверхность полной дислокации, может генерировать сигнал большой амплитуды? По-видимому, речь может идти о формировании пакета ε - фазы, а не о движении единичной частичной дислокации при образовании дефекта упаковки.

7. В работе имеются разные стилистические недостатки, препятствующие восприятию материала. Например, на стр. 53 автор пишет «... дислокационное скольжение и двойникование, образование дефектов упаковки и мартенситное превращение имеют индивидуальные функции источника, представляющие собой локальные функции релаксации напряжений в точке срабатывания.».

Однако сделанные замечания не носят принципиального характера и не снижают общей высокой оценки диссертационной работы.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационной работы

Результаты и выводы диссертационной работы Линдерова М.Л. могут быть использованы в ИМЕТ РАН, ИФПМ СО РАН, МИСИС (г. Москва), ТГУ (г. Томск), АлтГУ (г. Барнаул) и др.

Общее заключение

Диссертационная работа Линдерова М.Л. на тему «Идентификация механизмов и кинетики релаксации напряжений при деформации модельных ТРИП/ТВИП сталей методом кластерного анализа акустической эмиссии» выполнена на высоком научно-методическом уровне. По общему объему выполненного исследования и полученных результатов, новизне, актуальности и практической значимости представленная диссертационная работа соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор – Линдеров Михаил Леонидович, – заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

Плотников Владимир Александрович,
доктор физико-математических наук, профессор,
заведующий кафедрой общей и экспериментальной физики



Адрес: пр. Ленина 61, 656049, Барнаул, Россия
Телефон: (8-3852) 350968
E-mail: plotnikov@phys.asu.ru

Подпись Плотникова В.А. и его
контактную информацию удостоверяю:
Начальник отдела кадров ФГБОУ ВО
«Алтайский государственный университет»



Трушников А.Н.