

Отзыв

официального оппонента на диссертационную работу Кильмаметова Аскара Раитовича «Закономерности структурно-фазовых превращений в металлических сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации», представленной на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 2.6.6 – нанотехнологии и наноматериалы

Актуальность темы диссертационной работы

Представленная А.Р. Кильмаметовым диссертационная работа посвящена систематическому изучению структурных и фазовых превращений в процессе интенсивной пластической деформации представительного ряда сплавов на основе меди и титана.

Одним из перспективных способов разработки материалов нового поколения, удовлетворяющих повышенным требованиям стремительно развивающейся техники, является формирование микроструктур, в которых зеренная и субзеренная структура с наноразмерными масштабами элементов обеспечивает улучшенный комплекс физических, химических, механических и эксплуатационных свойств изделий. Формирование таких структур достигается методами интенсивной пластической деформации, которые создают в материалах предельно высокие плотности таких дефектов, как вакансии, дислокации и границы зёрен, за счет высоких степеней сдвиговой деформации. С физической точки зрения большой интерес представляет метод интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК), который вносит в материалы наиболее высокие степени деформации в условиях экстремально высокого приложенного давления, что приводит к формированию наноструктурных состояний со специфической дефектной структурой и может изменять комплекс физических свойств металлов и сплавов, зачастую изменяя даже структурно-нечувствительные характеристики. В сплавах, одновременно с формированием ультрамелкозернистой структуры, в процессе ИПДК могут происходить перераспределение их компонент и фазовые превращения, нетипичные для температуры деформации (как правило, комнатной). Если структурные превращения при ИПДК изучены достаточно хорошо, то фазовые превращения в различных сплавах остаются недостаточно исследованными.

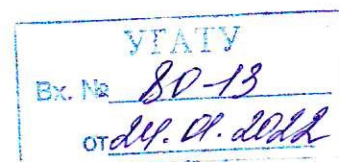
В связи с этим, исследование фазовых превращений в тесной связи со структурными изменениями при ИПД, которое является предметом рассматриваемой диссертации, является актуальной задачей материаловедения наноструктурных материалов.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертация изложена на 293 страницах, включает 71 рисунок и 13 таблиц. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы, содержащего 380 наименований.

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

В первой главе установлены количественные характеристики дефектной структуры, а именно, увеличение статических и динамических атомных смещений, ослабление прочности межатомных связей в меди, как модельном материале, в результате ИПДК. Эти данные проанализированы в связи с формированием неравновесных границ зёрен, характеризующихся повышенной диффузионной активностью. Проведена оценка неравновесной избыточной концентрации вакансий непосредственно в процессе ИПДК с использованием «in situ» экспериментов по дифракции высокоэнергетического синхротронного излучения и определена



её связь с диффузионно-контролируемыми фазовыми превращениями в сплавах на основе меди.

Во второй главе представлены результаты экспериментального изучения и моделирования конкурирующих процессов распада пересыщенного твёрдого раствора и образования частиц выделения вторичной фазы, рассмотрены распад твёрдых растворов и сегрегирование под воздействием ИПДК, а также даны численные оценки изменений эквивалентных коэффициентов диффузии в ряде медных сплавов в связи с ускорением массопереноса в условиях интенсивной деформации. На основе связи между эквивалентной концентрацией дефектов, возникающих в стационарном состоянии во время ИПДК при низкой гомологической температуре Типдк, и равновесными дефектами, существующими в том же материале при повышенной температуре $T_{эфф}$, сделан вывод о состоятельности концепции эффективной температуры, применение которой объясняет структурно-фазовое состояние исследованных медных сплавов после воздействия ИПДК.

В третьей главе изложены основные закономерности бездиффузионных фазовых превращений под воздействием ИПДК, приводящих к формированию ω -фазы высокого давления в титане и $(\alpha + \beta)$ сплавах на основе титана. Установлено, что при легировании титана различными элементами выбор конкретного β -стабилизатора и его концентрация влияют на объёмную долю ω -фазы. В явном виде существование промежуточной β -фазы при $\alpha \rightarrow \omega$ переходе не обнаружено. Как и в случае чистого титана, в процессе ИПДК прослеживается развитие сильной базисной текстуры типа $\langle 0001 \rangle$ при степенях деформации, предшествующих зарождению ω -фазы. Комбинация одновременного воздействия сдвиговой деформации и высокого приложенного давления приводит к существенному понижению давления, необходимого для $\alpha \rightarrow \omega$ превращения в сплавах на основе титана. Установленные кристаллографические ориентации между соседствующими зёрнами различных фаз подтверждают теоретические расчёты о наиболее энергетически благоприятных путях фазовых $\beta \rightarrow \omega$ и $\alpha \rightarrow \omega$ переходов. Определено, что помимо бездиффузионных (сдвиговых) механизмов фазовых превращений при формировании ω -фазы имеет место диффузионно-контролируемый массоперенос.

В четвёртой главе представлены результаты изучения комплексных фазовых превращений, одновременно включающих в себя как диффузионно-контролируемые, так и бездиффузионные превращения, при воздействии ИПДК. На основе анализа содержания легирующего элемента в различных фазах $(\alpha + \beta)$ сплавов на основе титана изучено влияние диффузионного массопереноса, сопровождающего мартенситное превращение при формировании ω -фазы высокого давления. В сплавах с эффектом памяти формы системы Cu-Al-Ni обнаружена и изучена последовательность фазовых превращений, при которой в результате диффузионного массопереноса создаются условия для последующего аустенитно-мартенситного (бездиффузионного) перехода, а именно, непосредственно после ИПДК-индуцированного уменьшения концентрации Al в матрице происходит формирование наноструктурного мартенсита.

В пятой главе представлены результаты исследования фазовых превращений при формировании объёмных нанокристаллических интерметаллидов TiNi и FeAl, радиационной устойчивости полученных нанокристаллов, и уникального высокопрочного состояния в нанокристаллическом высокоэнтропийном сплаве CoCrFeMnNi, полученном механическим сплавлением смеси порошков непосредственно в процессе ИПДК. На основе изучения роли локальных искажений, кластеризации Fe-Fe и поляризации электронов при магнитных переходах в наноструктурном интерметаллиде FeAl показано, что термоиндуцированная перестройка дефектов решетки, изменения размера зерна (от 35 до 160 нм) и последовательное увеличение степени дальнего порядка непосредственно влияют на изменения общего магнитного момента и силы отрицательной спиновой поляризации.

Научная новизна и ценность работы

В диссертационной работе получено большое количество новых научных результатов, среди которых следует отметить:

- количественные оценки дефектной структуры, формирующейся в результате ИПДК, и их использование для объяснения повышенной диффузионной активности и анализа фазовых превращений в наноструктурных состояниях;

- закономерности изменения фазового состава в медных сплавах на стационарной стадии деформации, а именно: распада пересыщенного твёрдого раствора и конкурирующего с ним растворения атомов легирующего элемента в твёрдом растворе, в том числе представление об эквивалентности состояния твёрдого раствора и вторичных фазовых выделений для данных условий интенсивной деформации;

- закономерности формирования ω -фазы высокого давления в чистом титане и в титановых ($\alpha + \beta$) сплавах при ИПДК, кристаллографические соотношения при переходах $\beta \rightarrow \omega$ и $\alpha \rightarrow \omega$, а также определение объёмной доли ω -фазы в зависимости от режимов ИПДК и исходного фазового состава;

- связи между ИПДК-индуцированными фазовыми превращениями и формированием нанокристаллических состояний, проявляющих такие перспективные эксплуатационные свойства, как повышенная радиационная стойкость, уникальная высокая прочность, а также контролируемое изменение тонкой магнитной структуры.

Полученные результаты обладают высокой научной ценностью, так как они значительно углубляют понимание закономерностей процессов структурных и фазовых превращений в сплавах при интенсивной пластической деформации.

Практическая значимость работы

Работа обладает также значительной практической значимостью, поскольку управление структурным и фазовым состоянием сплавов позволяет целенаправленно получать желаемый комплекс свойств, а именно:

- закономерности формирования высокопрочной ω -фазы высокого давления в наноструктурных состояниях в титане и ($\alpha + \beta$) титановых сплавах могут быть использованы для улучшения комплекса механических свойств этих материалов;

- достигнутая в работе высокая прочность высокоэнтропийного сплава, обусловленная деформационно-индуцированным сегрегированием наночастиц керамики (оксида хрома) в нанокристаллической матрице, может быть использована в новом подходе к разработке перспективных нанокомпозитов с улучшенным комплексом функциональных свойств;

- повышенная радиационная стойкость нанокристаллических интерметаллидов позволяет рассматривать их потенциальное применение в энергетических отраслях промышленности;

- результаты об изменениях тонкой магнитной структуры вследствие контролируемого фазового превращения представляют практический интерес к наноструктурным состояниям в спинтронике;

- результаты «in situ» экспериментов могут быть использованы для теоретических и практических курсов по физическому материаловедению в качестве развития дифракционных методов изучения особенностей дефектной структуры наноматериалов.

Достоверность полученных результатов

Достоверность и обоснованность положений и выводов диссертации обеспечивается использованием комплекса экспериментальных методик, таких как методы прецизионного

локального анализа микроструктуры с помощью высокоразрешающей просвечивающей и сканирующей микроскопии, атомной пространственной томографии, рентгеновские дифракционные методы, наблюдаемым согласием между результатами, полученными различными экспериментальными методиками, а также между данными эксперимента и теоретическими оценками.

Качество научного текста диссертации, полнота изложения результатов в публикациях, апробация результатов, соответствие содержаний диссертации и автореферата

Материал, представленный в диссертации, изложен ясно и последовательно. Результаты работы изложены в 41 статье в изданиях, входящих в системы индексирования Web of Science и Scopus, из них значительное количество работ (десять) - в топовых международных журналах Acta Materialia и Scripta Materialia. Результаты обсуждены на ряде всероссийских и международных конференций, семинаров. Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертации.

Замечания к диссертации

В плане методик и анализа результатов экспериментов работа выполнена безупречно и существенные замечания отсутствуют. У рецензента имеются замечания, в основном относящиеся к неудачному использованию некоторых терминов и представлений, стилю изложения, к оформлению или носящие характер пожеланий.

1. В диссертации широко используется понятие эквивинальности, устанавливается эквивинальность характеристик структуры и фазового состояния металлов и сплавов при заданных параметрах воздействия. Это не широко используемое понятие, и его следовало бы пояснить уже при первом упоминании. Но вплоть до стр. 80 такое пояснение отсутствует.

2. Представление о прочности межатомных связей, введенное в Гл. 1, по моему мнению, является неудачным. Строго говоря, прочность межатомных связей и соответствующая энергетическая характеристика - энергия связи атомов, определяют силу или работу, необходимую для разрушения связи, то есть для удаления атома из его узла. В данном случае рассматривается максимальная сила, возвращающая атом к положению равновесия при его колебаниях. Введенное понятие не влияет на результаты последующих рассмотрений, поэтому представляется ненужным.

3. Первое основное положение (а) сформулировано следующим образом: «численные расчёты характеристик атомного колебательного спектра (повышенных статических и динамических атомных смещений из узлов кристаллической решетки, коэффициента термического расширения, понижение температуры Дебая и прочности межатомных связей), обусловленных неравновесным состоянием границ зёрен». Эта несколько неточная формулировка создает впечатление, что речь идет о численном моделировании (например, методом молекулярной динамики) процесса колебаний с соответствующим расчетом характеристик. На самом деле, речь идет о расчете численных значений характеристик из экспериментальных данных, полученных рентгеноструктурным анализом.

4. В разделе 2.2 проведен теоретический анализ фазового равновесия в системе Cu-Ag на основе решения уравнений диффузии. Не вполне правильно называть этот анализ «моделированием», поскольку речь не идет о численном моделировании (simulation) процесса. Кроме того, ряд допущений, сделанных для упрощения этого анализа, названы «гипотезами», что также неправильно, поскольку гипотеза – это утверждение недоказанное, но (скорее всего) справедливое, тогда как о допущениях мы знаем, что они неправильные, но они не очень сильно уводят нас от точного решения.

5. Практически все исследования проведены, имея в качестве конечной цели улучшение свойств, в первую очередь, механических. Но, к сожалению, механические свойства материалов не исследованы, исследования ограничены только измерением микротвердости.

6. В тексте имеются ряд стилистических и терминологических ошибок, иногда затрудняющих чтение. Главным образом, они связаны с переводом с английского языка (большинство работ диссертанта опубликованы на этом языке) и построением предложений на английский манер. Например: «Чистый титан и четыре сплава Ti – Fe с 0.5, 1, 2.2 и 4 вес.% Fe были использованы для исследований», «для получения первых ядер» (вместо «зародышей»), «ультратонкие зерна» вместо «ультрамелкие зерна» и т.д. Следует отметить, однако, что таких ошибок совсем немного.

Разумеется, эти незначительные замечания никоим образом не снижают очевидных достоинств диссертационной работы и сделаны с целью, чтобы диссертант учел их в своей дальнейшей работе.

Общая оценка диссертационной работы

Представленная диссертация представляет собой емкий научный труд, включающий в себя обширный экспериментальный материал и их скрупулезный анализ. Диссертация является законченной научно-квалификационной работой в области науки о наноматериалах, в которой на основании выполненных автором экспериментальных исследований и их анализа разработаны положения, совокупность которых можно рассматривать как весомое научное достижение, имеющее фундаментальное и практическое значение для физики наноматериалов.

Диссертационная работа «Закономерности структурно-фазовых превращений в металлических сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации» по актуальности, научной значимости, практической ценности и другим показателям соответствует п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, а ее автор, Кильмаметов Аскар Раитович, заслуживает присуждения ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 2.6.6 - нанотехнологии и наноматериалы.

Официальный оппонент
главный научный сотрудник,
заместитель директора по научной работе
Института проблем сверхпластичности
металлов РАН,
доктор физико-математических наук



Назаров Айрат Ахметович

С обработкой персональных данных
согласен

14 января 2022 г.

Адрес: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, тел. +7 (347) 282-37-50, e-mail: aazarov@impsr.ru

Докторская диссертация защищена по специальности 01.04.07 – физика твердого тела.

Подпись и контактные данные Назарова Айрата Ахметовича удостоверяю:

Нач. отдела кадров ИПСМ РАН



Т.П. Соседкина