

ОТЗЫВ

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

Актуальность темы исследования

Большой интерес, проявляемый в последние годы к наноструктурным материалам, связан с их уникальными физическими и механическими свойствами, обусловленными малым размером зерен и наличием большой протяженности неравновесных внутренних границ раздела. Среди методов получения таких материалов выделяются методы интенсивной пластической деформации (ИПД), позволяющие получать беспористые объёмные наноструктурные материалы. Несмотря на большое число работ по данной тематике, посвященных преимущественно структурным изменениям, происходящим в процессе ИПД, исследованиям фазовых превращений уделяется значительно меньшее внимание. Вместе с тем, вследствие вносимого большого числа дефектов при формировании наноструктурных состояний в металлах и сплавах с использованием интенсивной пластической деформации может наблюдаться изменение кинетики развития диффузионно-контролируемых фазовых превращений. В этой связи, систематические исследования закономерностей структурно-фазовых превращений в целом ряде сплавов на основе меди и титана под воздействием высоких давлений и степеней пластической деформации методом кручения под давлением, выполненные в диссертационной работе Кильмаметова А.Р. несомненно представляются актуальной тематикой современного материаловедения. Полученные в работе результаты, представляют большой как научный, так и практический интерес обусловленный тем, что эволюция зёрненной структуры, распределение дефектов кристаллического строения, а также изменение фазового состава изучаемых сплавов играют важнейшую роль в изменении механических и физических свойств наноструктурных материалов, а также в их практическом применении и развитии нанотехнологий.

Научная новизна и достоверность полученных результатов

В качестве наиболее важных научных результатов, полученных в диссертационной работе Кильмаметова А.Р., можно отметить следующие:

- впервые были сделаны количественные оценки дефектной структуры, формирующейся в результате интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК), которые были в дальнейшем использованы для объяснения повышенной

диффузионной активности и анализа фазовых превращений в наноструктурных состояниях исследуемых материалов;

- были выявлены основные закономерности изменения фазового состава в медных сплавах на стационарной стадии интенсивной пластической деформации кручением, а именно, распада пересыщенного твёрдого раствора и конкурирующего с ним растворения атомов легирующего элемента в твёрдом растворе, а также эквивалентности состояния твёрдого раствора и вторичных фазовых выделений для данных условий интенсивной деформации;

- были впервые изучены закономерности формирования омега-фазы высокого давления в чистом титане и (альфа+бета) титановых сплавах при ИПДК, кристаллографические соотношения при сдвиговых переходах между альфа-омега и бета-омега фазами, а также объёмной доли омега-фазы в зависимости от режимов ИПДК и исходного фазового состава;

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

Научные результаты, полученные в диссертации, являются, несомненно, достоверными и обоснованными, поскольку при решении поставленных задач был задействован комплекс современных экспериментальных исследований, включающий в себя как методы прецизионного локального анализа микроструктуры с помощью высокоразрешающей просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, атомной пространственной томографии, так и интегральные методы рентгеновской дифракции для получения данных о структурно-фазовых состояниях с высокой достоверностью. Следует отметить хорошее согласие полученных экспериментальных результатов с теорией, а также результатами других авторов. Материал, представленный в диссертации, изложен ясно и последовательно. Результаты работы, опубликованные в ведущих российских и зарубежных журналах, были широко представлены на авторитетных всероссийских и международных конференциях, семинарах. Цели и задачи, поставленные в работе, полностью выполнены.

Личный вклад автора подтверждается его непосредственным участием в постановке цели и задач диссертационной работы, проведении исследований с использованием различных экспериментальных методик, анализе и обобщении полученных экспериментальных данных, а также проведении расчетов и формулировке положений и выводов.

Теоретическая и практическая значимость полученных результатов

Теоретическая значимость работы состоит в предложенной автором диссертации структурной модели наноструктурных металлов как модельных материалов, полученных методами ИПД, используемой при оценке характеристик колебательного

спектра. Кроме того, для построения диаграмм состояний значительный интерес представляют сделанные в работе теоретические расчёты равновесных и метастабильных фазовых состояний в сплавах на основе меди и титана.

Практическая значимость диссертационной работы обусловлена выявленными в ней закономерностями формирования высокопрочной омега-фазы высокого давления в наноструктурных состояниях титана и (альфа+бэта) титановых сплавах, которые могут быть использованы для улучшения комплекса механических свойств. Обнаруженным эффектом сверхпрочности высокоэнтропийного сплава, связанным с деформационно-индуцированной сегрегацией керамических наночастиц оксида хрома в нанокристаллической матрице, который может быть использован в качестве нового подхода для дизайна перспективных нанокompозитов с улучшенным комплексом функциональных свойств. Результатами об изменениях тонкой магнитной структуры вследствие контролируемого фазового превращения представляют практический интерес к наноструктурным состояниям в спинтронике. Теоретические основы, разработанные при анализе синхротронных «*in situ*» экспериментов, могут быть использованы для учебных курсов по физическому материаловедению в качестве развития дифракционных методов исследования дефектной структуры наноструктурных материалов.

Структура и краткое содержание диссертации

Диссертационная работа изложена на 293 страницах, иллюстрирована 71 рисунком, состоит из введения, пяти глав, заключения с общими выводами по полученным результатам, а также списка цитируемой литературы, включающего 380 источников.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, в соответствии с которой сформулирована цель и поставлены задачи исследований, отражены научная новизна и практическая значимость работы, а также выдвинуты 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 взаимосвязь 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 взаимосвязи между эквивалентной концентрацией дефектов, возникающих в стационарном состоянии во время ИПДК при низкой гомологической температуре $T_{\text{ипдк}}$, и равновесными дефектами, существующими в том же материале при повышенной температуре $T_{\text{эфф}}$, сделан вывод о состоятельности концепции эффективной температуры, применение которой объясняет структурно-фазовое состояние исследованных медных сплавов после воздействия ИПДК.

В третьей главе отражены 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 обнаружено не было. 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 фазового $\alpha \rightarrow \omega$ превращения в сплавах на основе титана. Установленные кристаллографические ориентации между соседствующими зёрнами различных фаз подтвердили 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 комплекса 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 трансформаций при формировании объёмных нанокристаллических интерметаллидов TiNi и FeAl и определения их повышения радиационной устойчивости, а также при создании

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.

В заключении сформулированы основные выводы по полученным в работе результатам.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Научные положения, выносимые на защиту, и основные выводы работы физически обоснованы с использованием адекватной интерпретации полученных экспериментальных данных, сопоставлением результатов оригинальных исследований с имеющимися в современной литературе модельными представлениями и экспериментальными данными других авторов. Представленные результаты исследований признаны отечественной и зарубежной научной общественностью, прошли широкое обсуждение на российских и международных научных конференциях, опубликованы в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК.

Результаты диссертационной работы представлены в 41 статье, опубликованных в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ и входящих в базы Scopus, Web of Science и РИНЦ. Апробация результатов была сделана на ведущих всероссийских и международных конференциях по физическому материаловедению и развитию нанотехнологий.

Соответствие содержания автореферата содержанию диссертации

Содержание автореферата в целом отражает полученные в диссертационной работе Кильмаметова А.Р. результаты и сформулированные общие выводы, и полностью соответствует содержанию диссертации.

Замечания по диссертационной работе

По диссертационной работе Кильмаметова А.Р. имеются следующие замечания:

1. В работе проведены исследования на большом количестве различных материалов, начиная от чистых металлов и заканчивая высокоэнтропийным сплавом. Однако, обоснование выбора материалов для тех или иных исследований не всегда проработано.
2. Положения, выносимые на защиту, сформулированы не очень удачно. В частности, не совсем понятно, зачем нужно было выносить на защиту результаты оценки неравновесной концентрации вакансий ($C_v=7.5 \cdot 10^{-5}$), образующихся в процессе

- ИПДК, учитывая, что близкие по величине значения были уже достаточно давно получены в работах Корзникова А.В., Цехетбауэра М. и др.
3. Автором на примере сплавов на основе меди получены результаты об активации диффузионно-контролируемых фазовых превращений в процессе ИПДК, вследствие высокой плотности вносимых дефектов (положение на защиту 2 и вывод 3). Однако, в данном случае необходимо сделать оговорку, что такая ситуация наблюдается в сплавах на основе замещения. При этом, в случае сплавов внедрения, дислокации и неравновесные ГЗ напротив могут выступать в качестве ловушек, существенно замедляя диффузию легирующего элемента.
 4. Некоторые главы диссертации (Гл.1 и 2) изложены в виде обзора результатов, как оригинальных работ автора, так и других исследователей. Вследствие этого, при прочтении текста диссертации зачастую трудно отличить результаты, полученные диссертантом, от результатов, полученных другими авторами.
 5. В главе 5, посвященной изучению свойств материалов после ИПДК, к сожалению, отсутствуют данные о структурно-чувствительных характеристиках металлов и сплавов, подробно исследованных в главах 1-4. Это не позволяет оценить влияние ранее изученных структурно-фазовых превращений на механические и физические свойства этих материалов.
 6. Замечания по оформлению диссертационной работы:
 - большая часть рисунков в работе представлена на английском языке;
 - не корректная нумерация рисунков (Рис.1.8.1 и 1.8.2);
 - кривые на Рис.1.10 не обозначены !?
 - оформление списка литературы не соответствует требованиям;
 - ссылка на таблицу 2.3 приведена на стр. 97, а сама таблица на стр. 102.
- В целом сделанные замечания не снижают научную и практическую значимость, и не влияют на общую высокую оценку диссертационной работы.

Заключение

Принимая во внимание всё вышеизложенное, считаю, что диссертация Кильмаметова Аскара Раитовича «Закономерности структурно-фазовых превращений в металлических сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации» представляет собой законченную научно-исследовательскую работу, выполненную на актуальную для современного материаловедения тему. Автором проведёно комплексное исследование закономерностей и природы фазовых превращений в наноструктурных сплавах на основе титана и меди при интенсивной пластической деформации, определена взаимосвязь фазовых превращений и формирования перспективных функциональных свойств металлов и сплавов в наноструктурных состояниях. По актуальности, научной новизне, теоретической и практической значимости полученных результатов и выводов, диссертация соответствует всем требованиям «Положения о присуждении учёных степеней», утверждённого постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года № 842 (ред. от

01.10.2018), а ее автор, Кильмаметов Аскар Раитович, заслуживает присуждения ему учёной степени доктора физико-математических наук по специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы.

Официальный оппонент:

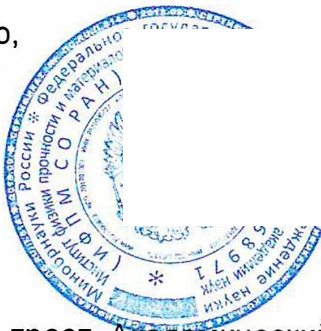
Найденкин Евгений Владимирович,
заведующий лабораторией физического материаловедения ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, доктор физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Найденкин Евгений Владимирович  «25» января 2022 г.

Даю согласие на обработку персональных данных

Найденкин Е. В.  «25» января 2022 г.

Подпись Найденкина Е.В. заверяю,
Ученый секретарь ИФПМ СО РАН
Кандидат физ.-мат. наук




Н.Ю. Матолыгина

Контактная информация:

Почтовый адрес: 634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4

Телефон: +7 (3822) 49-12-45

e-mail: nev@ispms.tsc.ru