

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ  
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ  
им. А.А. Байкова  
Российской академии наук  
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49  
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80  
E-mail: [imet@imet.ac.ru](mailto:imet@imet.ac.ru) <http://www.imet.ac.ru>  
ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702  
ИНН/КПП 7736045483/773601001

*от 24.12.2021 № 12202-6215-958/0*

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИМЕТ РАН  
чл.-корр. РАН

*В.С. Комлев*

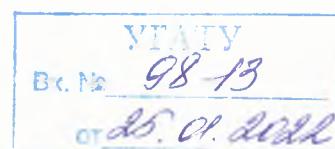
«24» декабря 2021 г

### ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

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 работы

С развитием технологий, в частности нанотехнологий, позволяющих создавать перспективные наноструктурные металлы и сплавы, изучение структурно-фазовых превращений в является отдельной значительной проблематикой, поскольку они напрямую определяют уникальные свойства наноматериалов. К эффективным способам формирования объёмных наноструктурных материалов относятся методы интенсивной пластической деформации (ИПД), активно развиваемые во многих научных центрах России и мира. Детальное изучение фазовых превращений при наноструктурировании с использованием ИПД и определение необходимых условий для их осуществления являются актуальной задачей для развития физического материаловедения. Особенно важным является установление роли фазовых трансформаций в формировании перспективных свойств наноструктурных металлов и сплавов, таких как способность к изменению магнитного состояния, радиационная стойкость, механическое поведение. Однако, до сих пор явно недостает обобщающих систематических исследований природы фазовых трансформаций, сопровождающих процессы наноструктурирования. В диссертации Кильмаметова А.Р. на основе комплекса экспериментальных исследований с использованием передовых методик рентгеноструктурного анализа, высокоразрешающей просвечивающей микроскопии, атомной пространственной томографии проведён детальный анализ эволюции микроструктуры для изучения закономерностей и природы фазовых превращений в сплавах на основе титана и меди при воздействии ИПД



кручением (ИПДК). Актуальность и важность выбранной темы исследований не вызывает сомнений.

### **Структура и основное содержание диссертационной работы**

Диссертационная работа Кильмаметова А.Р. состоит из введения, пяти глав и списка литературы из 380 источников цитирования, изложена на 293 страницах текста, содержит 71 рисунок и 13 таблиц. Работа ясно и логично структурирована в соответствии с поставленной целью исследования. Это выражается в последовательной реализации плана исследования и отражается в выполнении критерия внутреннего единства и цельности диссертации.

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  $\omega$ -фазы высокого давления в титане и  $(\alpha + \beta)$  сплавах на основе титана. Установлено, что при легировании титана различными элементами выбор конкретного  $\beta$ -стабилизатора и его концентрация влияют на объёмную долю  $\omega$ -фазы. В явном виде существование промежуточной  $\beta$ -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  $\omega$ -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  $\omega$ -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  $\omega$ -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 подведён итог исследований и перечислены основные результаты.

### **Научная новизна**

Приведённые в диссертации выводы подтверждены экспериментально и опубликованы преимущественно в последние годы в ведущих международных журналах по материаловедению. Среди целого ряда новых результатов, полученных при выполнении исследований о закономерностях структурно-фазовых превращений при интенсивных деформационных воздействиях, отметим следующее.

Установлены и проанализированы особенности дефектной структуры во взаимосвязи с повышенной диффузионной активностью и фазовыми превращениями,

происходящими в наноструктурных состояниях под воздействием ИПДК.

Представлены результаты изучения диффузионно-контролируемых фазовых превращений, индуцированных ИПДК в медных и титановых сплавах во взаимосвязи с перспективными функциональными свойствами наноструктурных материалов.

Выявлены закономерности формирования фазы высокого давления,  $\omega$ -фазы, в чистом титане и в титановых ( $\alpha+\beta$ ) сплавах при ИПДК. Определены кристаллографические соотношения при сдвиговых переходах между  $\alpha$ - $\omega$  и  $\beta$ - $\omega$  фазами, а также объёмную долю  $\omega$ -фазы в зависимости от режимов ИПДК и исходного фазового состава.

Обнаружено, что в результате воздействия ИПДК проявляются комплексные диффузионно-контролируемые и бездиффузионные (сдвиговые) фазовые превращения, при которых обеднение матрицы твердого раствора легирующим элементом создаёт условия для последующего сдвиговой трансформации.

Установлена взаимосвязь между ИПДК-индуцированными фазовыми превращениями и формированием нанокристаллических состояний, проявляющих перспективные эксплуатационные свойства, а именно, повышенную радиационную стойкость, уникальную высокую прочность, а также контролируемое изменение тонкой магнитной структуры.

#### **Достоверность результатов исследования**

Достоверность результатов работы и обоснованность выносимых на защиту положений и выводов подтверждается применением и развитием взаимодополняемых методов исследования наноматериалов, а также использованием передового научного оборудования для исследования микроструктуры, применением современных экспериментальных и теоретических подходов при анализе и обобщении полученных данных.

Результаты работы активно обсуждались на многочисленных международных научных конференциях, должным образом представлены в виде публикаций в ведущих рецензируемых отечественных и зарубежных научных изданиях с высоким импакт-фактором, что свидетельствует об их международном признании. Автореферат работы полно воспроизводит содержание диссертации.

#### **Теоретическая и практическая значимость работы**

Теоретическая и практическая значимость заключаются, прежде всего, в том, что результаты о закономерностях формирования высокопрочной  $\omega$ -фазы высокого давления в наноструктурных состояниях титана и ( $\alpha+\beta$ ) титановых сплавах в зависимости от их исходного фазового состава, степени легирования сплавов и параметров обработки в условиях высоких приложенных давлений могут быть использованы для улучшения комплекса механических свойств в титановых сплавах, обладающих ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой. Обнаруженный впервые эффект

сверхпрочности высокоэнтропийного сплава, обусловленный деформационно-индуцированным сегрегированием наночастиц керамики (оксида хрома) в нанокристаллической матрице, может быть использован в качестве нового подхода для дизайна перспективных нанокомпозитов с улучшенным комплексом механических и функциональных свойств. Результаты исследований по формированию повышенной радиационной стойкости в нанокристаллических интерметаллидах позволяют рассматривать их потенциальное применение в энергетических отраслях промышленности. Полученные результаты об изменениях тонкой магнитной структуры вследствие контролируемого фазового превращения представляют как теоретический, так и практический интерес к УМЗ состояниям в спинтронике, использующей инженерное применение материалов, способных проявлять различные магнитные состояния. Кроме того, результаты «in situ» экспериментов по изучению особенностей дефектной структуры, а также исследований тонкой магнитной структуры методами рентгеновской дифракции в применении к наноструктурным состояниям могут быть использованы в курсах лекций или практических работ по тематикам физического материаловедения.

#### **Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации**

Результаты диссертационной работы перспективны для практического использования наноструктурных металлов и сплавов, так как позволяют управлять их свойствами за счет изменения параметров микроструктуры, в частности, среднего размера зерна, дефектов кристаллического строения, их распределения, а также контролируемых фазовых превращений, таких как диффузионно-контролируемые распад пересыщенного твёрдого раствора и растворение атомов легирующего элемента в твёрдом растворе, распределение атомов легирующего элемента в границах зёрен при интенсивной деформации медных сплавов; бездиффузионных (сдвиговых) превращений при формировании высокопрочной  $\omega$ -фазы высокого давления в наноструктурных титановых сплавах. Это расширяет спектр применения наноструктурных материалов, в том числе, способствует развитию и внедрению нанотехнологий в промышленности. В диссертации уже продемонстрированы некоторые применения фазовых превращений, приводящих к высокопрочным, радиационно-стойким состояниям в объёмных наноструктурных материалах, а также контролируемому изменению их тонкой магнитной структуры.

Рекомендации по результатам и выводам диссертации могут также касаться внедрения в научно-образовательные программы курсов по развитию дифракционных методов исследования для дисциплин, в которых изучаются наноструктурные металлы и сплавы.

#### **Замечания по диссертационной работе**

По работе имеется ряд замечаний:

1. В главе 2 представлены численные оценки изменений эквивалентных коэффициентов диффузии в ряде медных сплавов в связи с ускорением массопереноса в

условиях интенсивной деформации. Использование метода ИПДК подразумевает применение достаточно высоких значений приложенного давления (в диапазоне 5-6 ГПа). В связи с тем, что повышенное давление является сдерживающим фактором для атомной мобильности и миграции границ зёрен, следует пояснить, каким образом это было учтено при оценке эквивалентных коэффициентов диффузии.

2. В главе 3 исследовано формирование  $\omega$ -фазы высокого давления в титане и сплавах на основе титана при воздействии ИПДК. Как известно, данная фаза может быть обнаружена после воздействия давлением в достаточно широком интервале 2-10 ГПа в зависимости от условий экспериментов. В работе было показано, что после сжатия образца Ti-2%Co между бойками под давлением 7 ГПа до применения деформации кручением  $\omega$ -фаза обнаружена не была (автореферат, рис. 6а). Необходимо пояснить, в чём причина её отсутствия, несмотря на высокое приложенное давление.

3. В работе использована концепция «эффективной температуры» при объяснении структурно-фазового состояния в ряде медных сплавов на стационарной стадии деформации. Кроме того, в главе 5 представлены результаты по исследованию радиационной стойкости нанокристаллической структуры, в частности для сплава TiNi. В этой связи возникает вопрос, возможно ли охарактеризовать смесь кристаллической и аморфной фаз с применением понятия «эффективной температуры»?

Сделанные замечания относятся к частным вопросам интерпретации результатов и не влияют на общую положительную оценку работы.

### **Общая оценка диссертационной работы**

В целом диссертационная работа Кильмаметова А.Р. «Закономерности структурно-фазовых превращений в металлических сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации» является законченной научной работой, в которой получены и важные экспериментальные и теоретические результаты. Диссертация имеет все необходимые разделы от постановки задачи, методов и подходов по их решению, до результатов исследований, их анализа, выводов и заключения. Материалы работы представлены в 41 статье, опубликованных в ведущих рецензируемых международных и российский научных журналах с высоким импакт-фактором. Автореферат диссертации и публикации достаточно полно отражают содержание работы. Диссертационное исследование Кильмаметова А.Р. соответствует паспорту специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы.


### **Заключение**

Диссертационная работа «Закономерности структурно-фазовых превращений в металлических сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации» на соискание ученой степени доктора физико-математических наук является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований проведён систематический анализ закономерностей и природы фазовых превращений в

наноструктурных сплавах на основе титана и меди при интенсивной пластической деформации, установлена роль фазовых превращений при формировании перспективных функциональных свойств металлов и сплавов в наноструктурных состояниях, что в совокупности можно квалифицировать как научное достижение в области развития нанотехнологий и исследования наноматериалов. Диссертация соответствует всем требованиям п. 9 «Положение о присуждении ученых степеней», а ее автор Кильмаметов А.Р. заслуживает присвоения искомой учёной степени доктора физико-математических наук по специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы.

Диссертация заслушана в ИМЕТ РАН на заседании Секции Учёного совета по металлосведению и металлофизике, протокол №6/21 от 23.12.2021 г. На заседании присутствовало 19 членов Секции из 25. Результаты голосования: «за» – 19, против – нет, воздержавшихся – нет.

Зам. директора ИМЕТ РАН по науке,  
И.о. Председателя секции Ученого  
совета по металлосведению  
и металлофизике, д.т.н.



Банних И.О.

Докторская диссертация защищена по специальности  
05.16.01 – Металлосведение и термическая обработка металлов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт металлургии и материаловосведения им. А.А. Байкова  
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)  
119334, Москва, Ленинский пр., 49  
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80  
E-mail: [imet@imet.ac.ru](mailto:imet@imet.ac.ru); <http://www.imet.ac.ru>