

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.2.427.03, СОЗДАННОГО
НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«УФИМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АВИАЦИОННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ» МИНИСТЕРСТВА НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ
СТЕПЕНИ ДОКТОРА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 16.02.2022 г. № 1

О присуждении **Кильмаметову Аскару Раитовичу**, гражданину РФ, ученой степени доктора физико-математических наук.

Диссертация «Закономерности структурно-фазовых превращений в металлических сплавах под воздействием интенсивной пластической деформации» по специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы принята к защите 15.11.2021 г., протокол № 6 диссертационным советом 24.2.427.03, созданным на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский государственный авиационный технический университет» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, 450008, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12, созданного приказом Министерства образования и науки Российской Федерации № 1517/НК от 25.11.2016 г.

Соискатель Кильмаметов Аскар Раитович, 29 июня 1969 года рождения, диссертацию на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук «Рентгеноструктурный анализ меди и титана, подвергнутых интенсивной пластической деформации» защитил в 2004 году в диссертационном совете, созданном на базе Института физики молекул и кристаллов Уфимского научного центра Российской академии наук.

Работает ведущим научным сотрудником в федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Научный центр Российской академии наук в Черноголовке «НЦЧ РАН» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, проходит научную стажировку на должности научного сотрудника в Институте нанотехнологий Технологического института г. Карлсруэ, Германия.

Диссертация выполнена в инновационном отделе с центром коллективного пользования федерального государственного бюджетного учреждения науки «Научный центр Российской академии наук в Черноголовке «НЦЧ РАН» Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный консультант - доктор физико-математических наук, Страумал Борис Борисович, федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Научный центр Российской академии наук в Черноголовке «НЦЧ РАН», директор.

Официальные оппоненты:

Назаров Айрат Ахметович, доктор физико-математических наук, федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук «ИПСМ РАН», заместитель директора по научной работе;

Найденкин Евгений Владимирович, доктор физико-математических наук, федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук «ИФПМ СО РАН», лаборатория физического материаловедения, заведующий;

Беляков Андрей Николаевич, доктор физико-математических наук, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет», лаборатория механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов, ведущий научный сотрудник.

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), г. Москва в своем положительном отзыве, подписанном Банных И.О, доктором технических наук, зам. директора ИМЕТ РАН по науке, и.о. председателя секции Ученого совета по металлвоведению и металлофизике, указала, что «...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».

Соискатель имеет 100 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликована 41 работа в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных работах. Сведения об опубликованных работах, в которых изложены основные научные результаты диссертации, достоверны. В рецензируемых научных изданиях представлены особенности дефектной структуры во взаимосвязи с диффузионным массопереносом в объемных наноструктурных металлических материалах, полученных интенсивной пластической деформацией; результаты изучения диффузионно-контролируемых фазовых превращений, индуцированных интенсивной пластической деформацией кручением в медных и титановых сплавах во взаимосвязи с перспективными функциональными свойствами наноструктурных материалов; результаты изучения бездиффузионных полиморфных фазовых превращений в титане и титановых сплавах; результаты исследования комплексных индуцированных интенсивной пластической деформацией кручением диффузионных и мартенситных фазовых превращений; результаты исследований по влиянию изучаемых структурно-фазовых превращений на перспективные эксплуатационные свойства наноструктурных материалов. Авторский вклад соискателя в опубликованные работы общим объемом 19,5 п.л. по объёму составляет 12 п.л. К наиболее значимым публикациям относятся:

1. Kilmametov A.R., Vaughan G., Yavari A.R., LeMoulec A., Botta W.J., Valiev R.Z. / Microstructure evolution in copper under severe plastic deformation detected by in situ X-ray diffraction using monochromatic synchrotron light // *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*. – 2009. – Т. 503, № 1-2. – С. 10-13. 2. Straumal B.B., Kilmametov A.R., Baretzky B., Kogtenkova O.A., Straumal P.B., Lityńska-Dobrzyńska L., Chulist R., Korneva A., Zięba P. / High pressure torsion of Cu–Ag and Cu–Sn alloys: Limits for solubility and dissolution // *Acta Materialia*. – 2020. – Т. 195. – С. 184-198. 3. Kilmametov A.R., Ivanisenko Y., Mazilkin A.A., Straumal B.B., Gornakova A.S., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Rafaja D., Hahn H. The alpha - omega and beta -> omega phase transformations in Ti-Fe alloys under high-pressure torsion // *Acta Materialia*. – 2018. – Т. 144. – С. 337-351. 4. Kilmametov A., Kulagin R., Mazilkin A., Seils S., Boll T., Heilmaier M., Hahn H. / High-pressure torsion driven mechanical alloying of CoCrFeMnNi high entropy alloy // *Scripta Materialia*. – 2019. – Т. 158. – С. 29-33. 5. Kilmametov A.R., Gunderov D.V., Valiev R.Z., Balogh A.G., Hahn H. / Enhanced ion irradiation resistance of bulk nanocrystalline TiNi alloy // *Scripta Materialia*. – 2008. – Т. 59, № 10. – С. 1027-1030.

На диссертацию и автореферат поступили положительные отзывы:

1. Абросимовой Г.Е., ФГБУН Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН. *Замечания:* 1) по рисункам складывается впечатление, что рентгеноструктурные исследования проводились с использованием разного излучения, однако информации об этом на рисунках (или в тексте, или в подрисуночных подписях) нет; 2) на рентгенограммах, представленных на рис. 12, наблюдается уменьшение полуширины отражений при увеличении угла дифракции; поскольку это противоречит обычным данным, причину наблюдаемого явления необходимо обсудить; 3) на рис. 16 средняя рентгенограмма соответствует аморфной фазе, однако в данном представлении интенсивность диффузного рассеяния выглядит столь малой, что сделать заключение о действительно аморфной или частично кристаллической структуре представляется невозможным; 4) автореферат также содержит небольшое количество опечаток.

2. Орловой Т.С., ФГБУН Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН. *Замечания:* 1) в данной работе показано, что при ИПДК (альфа+бета) титановых сплавов объёмная доля омега-фазы высокого давления существенно зависит от концентрации легирующего элемента в бета-фазе. Однако, известно, что небольшая доля легирующих элементов может растворяться также и в альфа-фазе. Из автореферата не ясно, анализировалось ли влияние этого эффекта на переход из альфы- в омега-фазу в сплавах в условиях ИПДК в сравнении с подобным фазовым превращением в чистом титане; 2) в тексте автореферата встречается небольшое количество опечаток.

3. Алымова М.И., ФГБУН Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН. *Замечания:* 1) Вместе с тем, в качестве дополнительного объяснения результатов в той части работы, где представлены так называемые комплексные фазовые превращения в титановых сплавах, необходимо проанализировать, существует ли взаимосвязь между диффузионно-контролируемыми процессами и бездиффузионными, подобно тому, как это проявляется в медных сплавах с эффектом памяти формы. И если эта взаимосвязь есть, то в чём же различие для титановых и медных сплавов, в которых также наблюдались сдвиговые фазовые переходы.

4. Исаенковой М.Г., ФГАОУ ВО Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ». *Замечания:* 1) Возможно ли использование наноструктурированных материалов, исследованных в работе, непосредственно после интенсивной деформации или необходим дополнительный стабилизирующий отжиг? Если необходим отжиг, то каким образом будет изменяться структура материала. Не утратим ли мы уникальные свойства НК материала? 2) Из текста автореферата не удалось понять, как проводилась количественная оценка фазового состава исследованных текстурированных материалов. 3) В автореферате присутствуют некоторые

опечатки. **5. Головина Ю.И.**, Научно-исследовательский институт «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО Тамбовского государственного университета им. Г.Р. Державина. *Замечания:* 1) Укоренившийся в русскоязычной научной литературе термин «интенсивная пластическая деформация» несколько расходится с общефизическим подходом к делению величин, процессов, характеристик на интенсивные и экстенсивные. Первые в общем случае, являются частными производными от вторых по размерам, по объему, по количеству вещества, очень часто - по времени. Соответственно, они отличаются и по размерности. На что нормируется характеристика «интенсивная пластическая деформация»? Относительная пластическая деформация в уже отнормирована на исходный размер объекта. Т.е. по сути, это уже интенсивная характеристика в общефизическом смысле. Дальше можно рассматривать ее частную производную по времени, и это будет тоже известная характеристика - скорость пластической деформации. В обычно понимаемом смысле термина «интенсивная пластическая деформация» скоростные зависимости никак не подразумеваются. Если рассматривать пластическую деформацию как некий кинетический процесс, то и для таких процессов интенсивность - это скорость переноса чего-то через единицу площади в единицу времени (интенсивность звука, интенсивность излучения, интенсивность теплопереноса и т.д.). В работе соискателя нет никаких сведений о скорости деформирования и ее варьировании. Т.е. речь идет просто о больших деформациях в относительных единицах. По совокупности изложенного не видно объективных причин называть ее «интенсивной», кроме чисто эмоциональных. Исходный английский термин *severe deformation* также не содержит никаких указаний на интенсивность, скорость деформации; это буквально - просто «сильная, очень выраженная, большая деформация». 2) Второй вопрос тоже можно считать в некоторой степени терминологическим, но в нем содержится больше физического смысла. На страницах 16, 23, 26 и в п. 4 Заключения (стр. 35) автореферата приводятся сведения о гигантских коэффициентах диффузии, превышающих обычные значения в исследованных материалах на 10-20 порядков величины при температуре обработки. В условиях громадной деформации сдвигом при большом давлении сжатия, очевидно, можно допустить существование принудительного «конвективного» массопереноса, имеющего мало общего с обычной диффузией, но гораздо более интенсивного (вот здесь термин «интенсивный массоперенос» - вполне уместен). В этой связи корректнее было бы называть коэффициенты диффузии и энергии активации в такой ситуации «эффективными» и рассматривать проблему массопереноса при больших деформациях с более широких позиций. 3) Очевидно, чем более мелкого зерна удастся добиваться при обработке, тем дальше материал от

термодинамического равновесия и тем сильнее его стремление к равновесному состоянию. В работе имеется очень ограниченный объем данных о термической и временной стабильности полученных мелкозернистых структур, скорости релаксации в них. Как минимум, не ясно, до каких температур можно эксплуатировать полученные материалы без существенной потери свойств, созданных такой обработкой. 4) Кроме микротвердости в автореферате не приводятся данные о других физико-механических свойствах исследованных материалов (в частности, о модуле упругости, прочности, вязкости разрушения), без которых трудно судить об их практической полезности. Возможно, эти сведения имеются в самой диссертации. **6. Салищева Г.А.**, ФГАОУ ВО Белгородский государственный национальный исследовательский университет. *Замечания:* 1) Диссертант приводит ряд экспериментов, доказывающих вклад в эволюцию структуры со стороны резкого возрастания концентрации вакансий при ИПД. Между тем при пластической деформации возможен перевод атомов в междоузлия. Рассматривалось ли возможное влияние этого фактора? 2) Диссертант указывает наличие реакции $\alpha + \beta \rightarrow \omega$. Однако образование из двух фаз одной есть не что иное, как перетектоидная реакция. Доказательств ее протекания в автореферате не приводится. 3) Высокоэнтропийный сплав CoCrFeMnNi был получен механическим сплавлением в процессе ИПД из многокомпонентной смеси порошков чистых элементов. В результате измельчение структуры и образование оксидов хрома привело к значительному упрочнению сплава, как отметил автор, ранее не наблюдавшемся. Между тем в литературе сообщается, что в ходе деформации могут образовываться также σ и B2 фазы. Автор не сообщает об образовании этих фаз, однако, «исключительная» твердость сплава может быть связана, как раз с такими реакциями. **7. Лоткова А.И.**, ФГБУН «Институт физики прочности и материаловедения» СО РАН.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что оппоненты являются известными специалистами по тематике диссертации и активно работают в области наноматериалов и нанотехнологий, а ведущая организация одним из лидирующих институтов в области материаловедения, разработки и создания новых материалов, включая наноматериалы и изделия из них.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана научная концепция использования понятий эффективной температуры и эквивалентного коэффициента диффузии для описания деформационно-индуцированного массопереноса и фазовых превращений в неравновесных условиях, реализуемых интенсивной пластической деформацией (ИПД) кручением,

а также новая методика для определения концентрации вакансий путём анализа данных высокоэнергетических синхротронных экспериментов «in situ», позволившая выявить качественно новые закономерности генерации точечных дефектов непосредственно в ходе ИПД,

предложена оригинальная научная гипотеза об эквививальности состояния твёрдого раствора и вторичных фазовых выделений на стационарной стадии деформации для данных условий ИПД кручением,

доказана перспективность использования новых идей по применению индуцированных ИПД фазовых превращений для формирования интерметаллидов с повышенной радиационной устойчивостью и высокоэнтропийных сплавов с рекордными прочностными характеристиками; обнаружена закономерность, определяющая зависимость объёмной доли материала, претерпевающего $(\alpha+\beta)\rightarrow\omega$ превращение в титановых сплавах, от выбора типа β -стабилизатора и степени легирования,

введён новый термин «эффективная температура», определяющий характер фазовых превращений при ИПД, а также новое понятие «эквививальность структурно-фазового состояния на стационарной стадии деформации для выбранных условий ИПД». **Изменена трактовка** понятий, касающихся определения диапазона величин давления, необходимого для инициированного ИПД зарождения ω -фазы в титане.

Теоретическая значимость исследования обоснована следующими положениями:

доказано, что представленные положения о структурно-фазовых превращениях вносят вклад в расширение представлений о структурной модели объёмных наноструктурных материалов, полученных интенсивной пластической деформацией кручением, в части учёта процессов диффузионно-контролируемых и сдвиговых (бездиффузионных) фазовых превращений, формирования микроструктуры и особенностей кристаллографической текстуры,

применительно к проблематике диссертации эффективно использован комплекс существующих передовых методик структурного анализа в комбинации с численными методами анализа формирования структурно-фазовых состояний в наноматериалах под воздействием больших степеней деформации,

изложена идея о существовании эффективной температуры, объясняющей ускоренный массоперенос, определяющий протекание фазовых превращений при температурах ИПД, нехарактерных для температур процесса; элементы теории по модификации существующих фазовых диаграмм состояний исследованных сплавов с учётом выявленных неравновесных структурно-фазовых состояний в

наноматериалах; факторы, определяющие изменения условий формирования омега-фазы высокого давления в титане и титановых сплавах под воздействием ИПД.

раскрыты несоответствия традиционных представлений экспериментально установленным особенностям фазовых переходов в сплавах в условиях ИПД; выявлены новые проблемы, связанные с учётом роли фазовых превращений в формировании перспективных свойств наноструктурных металлов и сплавов;

изучены причинно-следственные связи количественных характеристик трансформации дефектной структуры с механизмами ускоренного деформационно-индуцированного массопереноса в сплавах в процессе ИПД;

проведена модернизация физически-обоснованных моделей для интерпретации результатов рентгеновской дифракции с целью получения новых количественных данных о дефектной структуре объёмных наноматериалов с использованием «in situ» экспериментов в синхротронном излучении; существующих численных методов для описания структурно-фазовых состояний в медных сплавах на стационарной стадии ИПД, определяемых конкуренцией процессов распада пересыщенного твёрдого раствора и растворения атомов легирующих элементов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны научно обоснованные предложения для механического синтеза из многокомпонентной смеси порошков чистых элементов нанокристаллического высокоэнтропийного сплава CoCrFeMnNi с рекордной прочностью,

определены перспективы практического использования результатов анализа деформационно-индуцированных фазовых превращений, типа и морфологии выделений вторичных фаз, закономерностей текстурообразования и связанных с ними особенностями структуры для получения наноструктурных металлов и сплавов с улучшенным комплексом физико-механических свойств,

представлены методические рекомендации для повышения радиационной стойкости нанокристаллических интерметаллидов, что позволяет рассматривать их потенциальное применение в энергетических отраслях промышленности, а также для контроля фазовых превращений в наноструктурных состояниях для изменения тонкой магнитной структуры, представляющего практический интерес для спинтроники.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

основные эксперименты выполнены с использованием современного аналитического оборудования, проходящего постоянную сертификацию, и передовых методик обработки данных с применением программных пакетов, постоянно проходящих обновление. Показана воспроизводимость экспериментальных данных при статистически значимом количестве испытаний,

теоретические подходы основаны на использовании общепризнанных теоретических представлений; численные оценки по описанию закономерностей структурно-фазовых превращений при ИПД находятся в хорошей корреляции с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации, **идея базируется** на анализе практических данных и обобщении передового опыта ведущих отечественных и зарубежных учёных в области получения и исследования объёмных наноструктурных материалов, **использован** сравнительный анализ теоретических и экспериментальных исследований различного рода фазовых превращений при использовании методов ИПД, данных о микроструктуре наноматериалов, полученных различными научными группами, **установлено** качественное соответствие авторских результатов изучения закономерностей и природы фазовых превращений в сплавах на основе титана и меди при ИПД кручением данным, представленным в независимых источниках по теме диссертации, сделанные выводы не противоречат современным научным представлениям, изложенным в публикациях и докладах других авторов, **использованы** апробированные современные методики для сбора и обработки экспериментальных данных, в том числе с использованием международных баз данных для фазового анализа и поиска дифракционных карт в элементной базе, современных пакетов обработки результатов исследования.

Личный вклад соискателя состоит в следующем: автор вместе с научным консультантом сформулировал научное направление, цели работы и постановку задач исследования; лично организовывал и участвовал в проведение всех экспериментов и структурных исследований; подготовил вместе с соавторами основные публикации по выполненной работе; проанализировал, систематизировал результаты научных исследований и сформулировал все основные выводы; лично представил основные результаты, полученные в ходе выполнения данной диссертационной работы, на отечественных и международных научных конференциях.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания:

В отзыве ведущей организации:

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.** главе 3 исследовано формирование ω -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 ω -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»?

В отзыве официального оппонента Назарова А.А.:

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.

В отзыве официального оппонента Найденкина Е.В.:

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 отзыве официального оппонента Белякова А.Н.:

1. Вызывает сомнение точность определения количественных параметров геометрии неравновесных границ по данным ПЭМ, когда толщина образца более чем на порядок больше величины определяемых характеристик. **2.** Не ясно как отличали зерна от субзерен в ПЭМ, и в чем разница между границами субзерен и ячеек (рис. 1.6). **3.** Не вполне понятен механизм коалесценции зерен в условиях ИПДК. **4.** Описание микроструктурных изменений при ИПДК следовало бы подтвердить изменением прочностных характеристик. **5.** Поля упругих напряжений зависят не только от плотности внесенных зернограницных дислокаций, но и (главным образом) от их распределения. **6.** Выбор отражений от $\{111\}$ и $\{200\}$ не всегда позволяет исключить влияние текстуры в ГЦК металлах.

Соискатель Кильмаметов А.Р. ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы, согласился с замечаниями, и привел собственную аргументацию в защиту выдвинутых им научных положений и критических замечаний:

при рассмотрении массопереноса, инициированного воздействием ИПД, фактор приложенного давления уже оказывается «включённым» в оценку общего изменения эффективного коэффициента диффузии. Соответственно, разница в сотни градусов даёт изменения коэффициентов диффузии на более, чем 10 порядков, существенно превышающих указанные 2-3 порядка, вызываемых разницей в давлении. Сдвиговая деформация является дополнительным фактором, стимулирующим образование омега-фазы даже при 2-3 ГПа. Используя дискуссию из курса по физике твёрдого тела о межатомных колебаниях, где изменение характеристической температуры Дебая при анализе колебательного спектра атомов использовалось для оценки прочности межатомных связей. В диссертации представлены данные по взаимосвязи структурно-фазовых превращений с улучшением радиационной стойкости и изменениям основного состояния магнитной структуры нанокристаллических материалов. Формирование

однофазного высокоэнтропийного сплава из порошковой смеси пяти различных элементов было использовано в качестве яркого примера усиленного массопереноса и роли фазовых превращений в условиях применения ИПД подходов в целом и метода ИПД кручением, экстремально влияющего на микроструктуру. Количественные параметры геометрии неравновесных границ были использованы из литературы и предыдущих публикаций других авторов в качестве независимых источников. Дифракционный контраст в просвечивающей микроскопии позволял выделить крупное зерно, содержащее множество субзерен. Границы ячеек определялись дислокационными стенками, которые находились с помощью обратного Фурье-преобразования, ИПД кручением приводит к достаточно однородному распределению субзерен по размеру.

На заседании 16.02.2022 г. диссертационный совет принял решение за разработку теоретических положений, совокупность которых можно квалифицировать как научное достижение в области развития нанотехнологий и исследования наноматериалов по решению проблемы систематического изучения структурных и фазовых превращений в процессе интенсивной пластической деформации представительного ряда сплавов на основе меди и титана, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие отечественного физического материаловедения, присудить Кильмаметову А.Р. ученую степень доктора физико-математических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 19 человек, из них 9 докторов физико-математических наук по научной специальности 2.6.6 – Нанотехнологии и наноматериалы, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящего в состав совета, проголосовали: за – 19, против – нет.

Председатель

диссертационного совета

Ученый секретарь

диссертационного совета

Валиев Руслан Зуфарович

Бобрук Елена Владимировна

16.02.2022 г.

