

УТВЕРЖДАЮ
стор ИПСМ РАН
Р.М. Имаев
109 2022 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу

Калонова Альзамбека Атхамовича «**Получение, структура, электрические и механические свойства композитов Cu-Mg-Al**», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Актуальность темы диссертации

Актуальность диссертационной работы Калонова А. А. определяется тем, что в ней впервые показана возможность значительного упрочнения меди путем введения значительно менее прочных магниевых волокон. Медь и сплавы на ее основе широко используются во многих областях техники, но низкие прочностные сильно ограничивают возможности их применения. Поэтому поиск путей упрочнения меди без значительного ухудшения ее электропроводности является важной научно-технической задачей. В связи с этим, тематика данной диссертации является актуальной, а результаты, полученные автором, имеют важное научно-техническое значение и открывают новые перспективы. Фактически, в представленной диссертации выявлен новый способ получения высокопрочных проводников электрического тока – путем создания Cu/Mg- или Cu/Mg/Al-композитов. Проведенными исследованиями установлено, что введение Mg-волокон позволяет упрочнить Си-матрицу как за счет деформационно-индуцированного формирования новых фаз на границах раздела, так и в результате термообработки.

Структура и основное содержание работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, трех приложений, общих выводов и списка литературы. Объем работы: 168 страниц, включая 66 рисунков и 14 таблиц. Список литературы содержит 146 наименований. Информация, приведенная в автореферате, соответствует основному содержанию диссертации и дает полное представление о её научных положениях, результатах и основных выводах.

По материалам диссертации опубликовано 9 работ из списка ВАК (две из них опубликованы в журналах первого квартиля из базы WoS). Материал диссертации неоднократно докладывался на международных и российских конференциях.

Во **введении** автор обосновывает актуальность темы диссертационной работы, формулирует ее цели и задачи, приводит основные положения, выносимые на защиту, описывает научную новизну и указывает практическую значимость полученных результатов.

В **первой главе** автор приводит литературный обзор способов повышения прочностных свойств меди с сохранением ее высоких проводящих свойств и описывает физико-механические свойства медных сплавов, упрочненных различными методами. Автор показывает, что использование метода гидроэкструзии для создания композиционных материалов на основе меди является перспективным направлением, позволяющим получить интересные для практики длинномерные образцы. В работе рассмотрены диффузионные реакции, протекающие на границах разделов Cu-Mg-Al композитов в ходе различных термообработок. Показано, что физико-механические и функциональные свойства медно-магниевых композитов ранее не были подробно исследованы. Автором впервые предложено с применением гидроэкструзии создать композиционный материал, медная или алюминиевая матрица которого будет упрочнена введением большого количества магниевых волокон.

В **второй главе** описана методика изготовления бинарных Cu/Mg и тройных Cu/Al/Mg-композитов с применением гидроэкструзии при комнатной температуре на лабораторной установке высокого давления. Приведены основные параметры технологических и экспериментальных установок, которые использовались для аттестации полученных образцов.

В **третьей главе** диссертационной работы представлены результаты исследования микроструктуры и физико-механических свойств деформированных Cu/Mg-композитов, содержащих от 1 до 2730 Mg-волокон. С использованием известных методик проведены теоретические расчеты предела текучести и удельного электросопротивления полученных композитов, результаты которых сравнивались с экспериментальными данными. Установлено, что с увеличением количества Mg-волокон наблюдается возрастающее несоответствие между теоретическими и экспериментальными результатами. Проведенные автором расчеты выявили повышение площади границ раздела с увеличением количества волокон в единице объема исследованных композитов. Экспериментально установлено, что в ходе гидроэкструзии на интерфейсах Cu/Mg-композитов формируется деформационно-индукционный неравновесный твердый раствор магния в меди, что приводит к аномальному повышению прочностных свойств сильно деформированных композитных образцов.

В четвертой главе диссертационной работы описано влияние отжигов на структуру и физико-механические свойства Cu/Mg-композитов. Установлено, что термообработка деформированных композитных образцов радикальным образом изменяет их микроструктуру и физико-механические свойства: вместо непрочных Mg-волокон образуются высокопрочные жилы на основе интерметаллидных фаз и эвтектик, состав и соотношение которых определяется температурой отжига. В частности, после отжига при 450 °C в теле магниевых волокон возникает большое количество трещин вследствие процессов усадки, также образуются кольцевые трещины, возникновение которых связано с эффектом Киркендалла. При температуре 530 °C вместо Mg-волокон образуются высокопрочные волокна на основе CuMg₂-интерметаллида. Нагрев до 700 °C приводит к образованию внутри волокон еще более прочной эвтектической структуры, состоящей из ламелей Cu₂Mg и CuMg₂ фаз. В результате отжига исследованного композита при 750 °C внутри его оболочки образуется эвтектика, состоящая из твердого раствора на основе меди с включениями дендритов Cu₂Mg-фазы. Наличие медной оболочки определяет высокую электропроводность отожженного композита: она составляет около 80% IACS.

В пятой главе автором изучены структура и свойства двух тройных композитов Cu-Al-Mg, которые отличались последовательностью слоев: в Cu/Al/Mg-композите снаружи была медная оболочка, при изготовлении Al/Cu/Mg-композита Cu/Mg-прутки вставлялись в Al-матрицу. Установлено, что в процессе деформации и при последующем отжиге на всех интерфейсах этих композитов возникают диффузионные слои переменных составов. Вновь показано, что в ходе гидроэкструзии при изготовлении композитов происходит деформационно-индукционное формирование новых фаз на всех границах раздела, что повышает прочностные свойства образцов. Проведенные эксперименты выявили преимущество Cu/Al/Mg-композита по сравнению с Al/Cu/Mg-композитом: наружная медная оболочка обеспечивает пониженное электросопротивление: $\rho=2,45\times10^{-8}$ Ом·м (удельное электросопротивление Al/Cu/Mg-композита составляет: $\rho=3,83\times10^{-8}$ Ом·м). Кроме того, Cu/Al/Mg-композит имеет более высокие прочностные свойства. Кроме того, Cu/Al/Mg-композит имеет повышенную термическую стабильность: он выдерживает нагрев до 650 °C (целостность Al/Cu/Mg-композита нарушается при ~450 °C).

Основываясь на полученных результатах, автором работы показано, что отжиг Cu/Mg- или Cu/Al/Mg-композитов может привести к получению перспективного композитного материала с высокой прочностью и высокой электропроводностью.

В заключении перечислены основные выводы по диссертационной работе.

В целом, диссертация отличается внутренним единством, она последовательно показывает реализацию идей автора и убеждает, что в ходе проведенного исследования был

не только получен ряд интересных результатов, но создан задел на будущее. Развитие найденных в работе подходов может привести в дальнейшем к разработке нового высокопрочного и электропроводного композитного материала.

Научная новизна результатов диссертационной работы

Среди новых результатов по работе можно выделить следующее:

1. Предложен и апробирован способ упрочнения меди путем введения в нее большого количества значительно менее прочных Mg-волокон с последующей сильной пластической деформацией методом гидроэкструзии при комнатной температуре.
2. Обнаружено деформационно-индуцированное формирование высокопрочного неравновесного твердого раствора магния в меди на Cu/Mg-интерфейсе в процессе пластической деформации, что сопровождается уменьшением параметра решетки медной матрицы.
3. Показано, что при температурах отжига Cu/Mg-композитов выше 530 °C на месте магниевых волокон образуются интерметаллиды Cu_2Mg и/или CuMg_2 и эвтектики на их основе, твердость которых на порядок превосходит твердость магния в исходном композите.
4. Впервые определена зависимость электросопротивления магния от степени его деформации.
5. Выяснено, что формирование структуры, а также физико-механические и функциональные свойства тройных Cu/Al/Mg-композитов сильно зависят от укладки компонентов: композит с медной оболочкой обладает повышенной термической стабильностью, имеет наибольшую прочность и пониженное электросопротивление.
6. Установлено, что прочностные свойства, достигнутые после деформации на 75% отожженного при 650 °C Cu/Mg-композита, сопоставимы со сплавом Cu-4,1ат.%Mg, но электропроводность композита (80% IACS) существенно выше электропроводности сплава (50% IACS).

Достоверность результатов и обоснованность выводов

Достоверность полученных результатов обеспечивается их устойчивой воспроизводимостью, использованием аттестованного измерительного оборудования и поверенных экспериментальных установок, в том числе в ЦКП ИФМ УрО РАН г. Екатеринбург. Использованный в работе комплексный подход, сочетающий теоретические оценки и их экспериментальную проверку, позволил получить результаты, не только отвечающие современным научным представлениям, но и развивающие их. Публикации в российских и высокорейтинговых зарубежных научных журналах подтверждают значимость проведенного исследования и важность полученных результатов

Практическая значимость полученных результатов

Впервые предложен способ упрочнения медной матрицы путем введения в нее большого количества малопрочных магниевых волокон. Обнаружено, что отжиг выше 450°C радикальным образом изменяет структуру и свойства Cu/Mg-композитов: на месте магния образуются высокопрочные волокна на основе Cu_2Mg и/или $CuMg_2$ интерметаллидов, медная оболочка обеспечивает композиту пониженное электросопротивление. Дополнительная пластическая деформация позволяет еще более повысить прочность такого композита. Показано, что тройной Cu/Al/Mg-композит также может представлять интерес для практики как электропроводящий материал. В целом, результаты исследования показывают, что Cu/Mg- и Cu/Al/Mg-композиты могут быть использованы в дальнейшем при разработке новых подходов к получению высокопрочных проводников на основе меди или алюминия.

Замечания по диссертационной работе

1. В названии диссертации упомянуто изучение электрических свойств, однако в выводах по работе ничего не сказано о результатах исследования этих свойств.
2. В работе в основном обращено внимание на зависимость прочностных свойств композитов от количества Mg-волокон. Однако очевидно, что формирование новых фаз в композитах также сильно зависит от толщины каждого из слоев его компонентов. Изменение диаметра образца изменит длину диффузионных путей, и, следовательно, прочностные свойства. Это сильно ограничивает возможности практического применения полученных результатов: свойства одного и того же композита будут сильно зависеть от диаметра образцов. Фактически, это потребует проведения дополнительных исследований по поиску оптимальной термо-механической обработки для композитной проволоки каждого из требуемых диаметров.
3. В работе не представлены результаты, показывающие получение действительно высоких механических свойств исследованных композитов. Достигнутые автором прочностные свойства не производят большого впечатления: да, они выше, чем у меди, но ниже прочности ряда известных медных сплавов. Это можно рассматривать как задел на будущее: для раскрытия потенциала предложенного подхода автору необходимо выбрать последовательность укладки слоев, подобрать количество магниевых волокон и найти термо-механическую обработку, позволяющие достичь действительно высоких прочностных свойств. Высокая электропроводность исследованных в работе композитов уже достигнута.
4. Полученный результат по уменьшению параметра решетки медной матрицы в композите с увеличением степени деформации является нетривиальным и требует более подробного разъяснения.

Отмеченные замечания не затрагивают общих выводов и результатов диссертации, а также не снижают общей положительной оценки работы. Фактически, эти замечания

показывают, что автором создан совершенно новый подход к упрочнению меди, а разработка технологии для достижения комплекса высоких функциональных свойств – это задача будущих исследований. В целом, диссертация соответствует пункту 1 «Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы и свойств металлов и их сплавов, неорганических и органических соединений, диэлектриков и, в том числе, материалов световодов как в твердом (кристаллы, поликристаллы), так и в аморфном состоянии в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления» и пункту 6 «Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами» паспорта специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Заключение (выводы о работе)

Диссертационная работа А.А. Калонова обладает внутренним единством и является законченной научно-квалификационной работой. Полученные композиционные материалы обладают высокими прочностными и электрическими свойствами. Результаты диссертации могут быть использованы в дальнейшем.

Автореферат полностью и правильно отражает основные результаты диссертационной работы.

Диссертация «Получение, структура, электрические и механические свойства композитов Cu-Mg-Al» полностью соответствует всем требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Калонов Аззамбек Атхамович заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Доклад А.А. Калонова по диссертационной работе был заслушан на научном семинаре ИПСМ РАН (протокол № 7 от 16.09.2022 г.) и получил одобрение участников семинара. Отмечена важность и перспективность проведенных исследований, а также соответствие объема и качества полученных результатов требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Ведущий научный сотрудник лаборатории
«Наноматериалы и нанотехнологии» ИПСМ РАН,
доктор технических наук,

Г.Ф. Корзникова

Подпись Г.Ф. Корзниковой заверяю
ученый секретарь ИПСМ РАН,
кандидат технических наук

И.М. Сафаров

Почтовый адрес: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа,
ул. Степана Халтурина, 39 Тел.: (347) 223-64-07
E-mail: imsp@imsp.ru

*С отзывом
21.09.2022*

А.А.

Сведения о ведущей организации

Полное наименование: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук

Краткое наименование: ИПСМ РАН

Почтовый адрес: 450001, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39

Тел.: (347) 223-64-07

E-mail: ims@imsp.ru

<http://www.imsp.ru/>

Основные научные направления

1. Получение, функциональные и механические свойства наноструктурных материалов.
2. Материаловедение алюминиевых, титановых, никелевых сплавов, интерметаллидов на основе алюминидов титана.
3. Формообразование материалов с помощью методов пластической, в том числе сверхпластической, деформации.
4. Получение, экспериментальное исследование, компьютерное моделирование металломатричных композитных, в том числе армированных углеродными наноматериалами.
5. Атомно-структурные превращения, нелинейные явления и неравновесные процессы в конденсированных средах.

Публикации в сфере исследований, которым посвящена диссертация

1. Korznikova G.F., Zhilyaev A.P., Sarkeeva A.A., Lutfullin R.Y., Shayahmetov R.U., Khalikova G.R., Khisamov R.Kh., Nazarov K.S., Mulyukov R.R. Metallic composites, prepared by deformation processing // Materials Science Forum. 2021. V.1016. P.1759-1764.
2. Krylova K.A., Safina L.R., Murzaev R.T., Baimova J.A., Mulyukov R.R., Effect of Nanoparticle Size on the Mechanical Strength of Ni-Graphene Composites // Materials, 2021 V. 14, N 11, 3087.
3. Mulyukov R.R., Korznikova G.F., Nazarov K.S., Khisamov R.K., Sergeev S.N., Shayachmetov R.U., Khalikova G.R., Korznikova E.A. Annealing-induced phase transformations and hardness evolution in Al–Cu–Al composites obtained by high-pressure torsion // Acta Mechanica. 2021. V.232. P.1815 – 1828.
4. Korznikova G., T. Czeppe, G. Khalikova, D. Gunderov, E. Korznikova, L. Litynska-Dobrzynska, M. Szlezinger /Microstructure and mechanical properties of Cu-graphene

composites produced by two high pressure torsion procedures // Materials Characterization 161 (2020) 110122.

5. Khalikova G. R., G. F. Korznikova, K. S. Nazarov, R. Kh. Khisamov, S. N. Sergeev, R. U. Shayakhmetov, R. R. Mulyukov On the possibility of applying severe plastic deformation by high pressure torsion for the manufacture of Al-Nb metal matrix composites // Letters on Materials V. 10 (4), 2020 pp. 475-480.
6. Danilenko V.N., Sergeev S.N., Baimova J.A., Korznikova G.F., Nazarov K.S., Khisamov R.K., Glezer A.M., Mulyukov R.R. An approach for fabrication of Al-Cu composite by high pressure torsion // Materials Letters. 2019. V. 236. P. 51-55.
7. Kabirov, R.R., Nazarov, K.S., Korznikova, G.F., Khisamov, R.K., Sergeyev, S.N., Nagimov, M.I., Mulyukov, R.R. Mechanical Properties of a Metal-Matrix Composite Based on Copper and Aluminum, Obtained via Shear Deformation under Pressure // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. 2019. V. 83. I. 10. P. 1265-1269.
8. Korznikova G, Korznikova E, Nazarov K, Shayakhmetov R, Khisamov R, Khalikova G, Mulyukov R. Structure and Mechanical Behavior of Al–Nb Hybrids Obtained by High-Pressure-Torsion-Induced Diffusion Bonding and Subsequent Annealing // Adv. Eng. Mater. 2021.V. 23, 2000757.
9. G. Korznikova, R. Kabirov, K. Nazarov, R. Khisamov, R. Shayakhmetov, E. Korznikova, G. Khalikova, and R. Mulyukov Influence of Constrained High-Pressure Torsion on Microstructure and Mechanical Properties of an Aluminum-Based Metal Matrix Composite. JOM 2020. V.72, P. 2898–2911.
10. G. F. Korznikova, K. S. Nazarov, R. Kh. Khisamov, S. N. Sergeev, R. U. Shayachmetov, G. R. Khalikova, J. A. Baimova, A. M. Glezer, R. R. Mulyukov. Intermetallic growth kinetics and microstructure evolution in Al-Cu-Al metal-matrix composite processed by high pressure torsion Mater. Lett. 2019. V. 253, P.412-415.

Ученый секретарь ИПСМ РАН,
кандидат техн. наук

Гарственное бюл
аров
архив