

МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ПРОЧНОСТИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
(ИФПМ СО РАН)

Академический просп., д. 2/4, г. Томск, 634055
Тел.: (3822) 49-18-81; факс: (3822) 49-25-76
E-mail: root@ispms.tomsk.ru; http://www.ispms.ru
ОКПО 01538612; ОГРН 1027000868971
ИНН/ КПП 7021000822/ 701701001

22.10.2020

№ 15329-41/939

На № _____ от _____

Г _____]



ПРЕДСЕДИТЕЛЬ
ИФПМ СО РАН

Физических наук

Е.А. Колубаев

на испытание 2020г

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук на диссертационную работу Свирида Алексея Эдуардовича «Структура, фазовые превращения и свойства эвтектоидных β -сплавов на медной основе с эффектом памяти формы», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Актуальность темы диссертации

В современных конкурентных условиях развития экономики, техники и наукоёмких технологий важным и все более востребованным является разработка и создание новых материалов разнообразного назначения. К таким материалам в полной мере относится класс сплавов с термоупругими мартенситными превращениями, которые проявляют эффекты памяти формы и сверхэластичности. Использование температуры, механических напряжений и магнитных полей позволяет управлять термоупругими мартенситными превращениями и даёт возможность реализовать на практике одно-или многократно обратимую память формы, сверхупругость, магнитокалорический и демпфирующий эффекты. Именно эти свойства выделили сплавы с

термоупругими мартенситными превращениями в особый класс конструкционных и функциональных интеллектуальных материалов. Для разработки конструкций и технологий нового поколения необходимы такие smart-материалы, которые обладают оптимальными соотношениями пластичности и прочности. Однако существенным недостатком современных сплавов с термоупругими мартенситными превращениями, за исключением двойных сплавов на основе никелида титана, является их низкая пластичность и даже склонность к хрупкому разрушению в поликристаллическом состоянии. Это затрудняет или делает невозможным использование на практике указанных выше замечательных эффектов, но которые удаётся реализовать на монокристаллах этих же сплавов. Поэтому поиски оптимального легирования и разработка способов и технологий пластификации различных поликристаллических сплавов с термоупругими мартенситными превращениями, которые проявляют эффекты памяти формы и сверхэластичности, являются актуальными задачами.

Оценка структуры и содержания работы

Структура и содержание диссертации полностью соответствуют поставленным целям и задачам. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы из 149 цитируемых источников. Все главы логически связаны между собой.

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, степень её разработанности, определены и сформулированы цель и задачи исследований, описаны научная новизна результатов, их теоретическое и практическое значение, методы исследования, достоверность и обоснованность результатов и выводов, а также представлены положения, выносимые на защиту, а также личный вклад соискателя. Основное содержание диссертации представлено в 9-и научных публикациях, в том числе в 6-и статьях в реферируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК, в 2-х главах в монографиях, в 10 тезисах докладов на российских и международных конференциях. Основные результаты, выводы, положения и рекомендации работы докладывались и обсуждались на 7-

ми российских и международных конференциях. Диссертация содержит 151 страницу текста, включая 9 формул, 92 рисунка и 18 таблиц.

В литературном обзоре (глава 1) автор диссертации обсуждает современное состояние исследований термоупругих мартенситных превращений (ТМП); рассматривает основные закономерности влияния легирования на температуры фазовых переходов и структуру мартенситных фаз, в том числе сплавов системы Cu-Al-Ni; анализирует современные представления о механизмах формирования предмартенситных состояний. Сделано заключение о крайней недостаточности количества экспериментальных данных о влиянии легирования, термообработки и пластической деформации на температуры, особенности реализации ТМП и механические свойства трехкомпонентных поликристаллических эвтектоидных сплавов системы Cu-Al-Ni, исследуемых в данной работе. Сформулированы цель и научные задачи диссертационной работы.

Во второй главе обоснован выбор материалов и методов исследования сплавов с ТМП. Были выбраны, изготовлены и аттестованы три группы сплавов следующих химических составов (масс.%): 11 тройных сплавов Cu – xAl – 3Ni (x = 9.2, 9.5, 10.0, 10.5, 11.0, 11.5, 12.0, 12.5, 13.0, 13.5, 14.0%); 5 тройных сплавов Cu – (7.5, 8.0, 8.5, 9.0, 10.0%)Al – (4.5%)Ni; 5 тройных сплавов, легированных бором: Cu – (8.0, 8.5, 10.0, 14.0%) Al – (3.0, 4.5%) Ni – B (0.02, 0.1, 0.2%). Описаны способы изготовления сплавов, термообработки, методы приготовления образцов для исследования. Изложены методы измерения механических свойств при одноосном растяжении и сжатии образцов, кручения под высоким давлением в наковальнях Бриджмена, магнитной восприимчивости, электросопротивления, микротвердости; методы исследования при использовании рассеяния рентгеновских лучей, в том числе при изменении температуры, просвечивающей электронной микроскопии (в режимах светлого и темного полей, метод микродифракции), сканирующей электронной микроскопии, включающей методы энергодисперсионного анализа и реконструкции структуры с использованием карт дифракции обратно-рассеянных электронов.

Оригинальная часть работы и обсуждение результатов исследования представлены в 3 главах.

В главе 3 изучены фазовые составы и превращения в тройных сплавах Cu – (7 – 10)Al – 4.5Ni, Cu – (9-14)Al – 3Ni (масс%), а также влияние их химического состава на фазовый состав, микроструктуру, структурные типы высокотемпературной фазы (аустенита) и образующейся мартенситной фазы, температуры ТМП, а также физико-механические свойства. Установлено влияние легирования бором на структурно-фазовое состояние и механические свойства сплавов Cu-Al-Ni. Продемонстрирован эффект памяти формы (ЭПФ) на образцах сплава Cu-14Al-3Ni после высокотемпературной термомеханической обработки.

В главе 4 детально исследовано влияние мегапластической деформации, которая была впервые применена для β -сплавов на основе Cu, посредством кручения сдвигом под высоким давлением (КВД) на формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры и физико-механические свойства исследованных сплавов, в том числе описаны процессы непрерывной динамической рекристаллизации при формировании УМЗ структуры.

В главе 5 исследовано влияние контролируемого одноосного сжатия (осадки) образцов сплава Cu-14Al-4Ni на структурно-фазовые превращения в них и их механические характеристики как при комнатной, так и при повышенных температурах. Обнаружено, что решающее влияние на эти характеристики оказывает измельчение зёрненной структуры.

Несомненным достоинством работы является то, что во всех оригинальных главах приведено большое количество электронномикроскопических светло- и темнопольных изображений внутренней структуры исследуемых материалов и выполнен детальный анализ картин микродифракции от сформированной микроструктуры.

Каждая оригинальная глава завершается выводами, а диссертация завершается заключением, в котором сформулированы основные результаты исследования.

Научная новизна результатов диссертационной работы

В работе получен ряд новых и важных научных результатов. К наиболее существенным результатам можно отнести следующие.

1. Впервые установлено, что основными причинами подавления термоупругих мартенситных превращений и эффекта памяти формы в эвтектоидных сплавах системы Cu-Al-Ni и развития в них зернограничной хрупкости являются эвтектоидный распад, крупнозернистость аустенита и его высокая упругая анизотропия. Определены основные морфологические признаки пакетно-пирамидального мартенсита и установлено снижение температур термоупругих мартенситных превращений от 900К до 250К в закаленных сплавах при повышении содержания атомов Al от 9.0 до 14.0 масс. %.
2. Впервые показано, что в исходных крупнозернистых образцах сплавов (размер зерна ~ 1 мм) может быть получена мелкозернистая структура (размер зерна ~ 0.15–0.2 мм) как за счет легирования сплава (7.5–9.5) масс. % Al или (0.1–0.2) масс.% В, так и использования повторного рекристаллизационного отжига с закалкой или контролируемого изотермического сжатия при температурах выше границы эвтектоидного распада. При этом уменьшение размеров субструктурных элементов мартенситной фазы обеспечивает более однородное распределение в объеме зёрен нормальных и сдвиговых напряжений.
3. Обнаружено, что деформация образцов сплавов Cu-Al-Ni кручением под высоким давлением с последующим кратковременным отжигом и посредством изотермической осадки при температурах вблизи или ниже границы эвтектоидного распада приводит к измельчению зёрен до ~1–5 мкм, что обеспечивает образцам высокую твердость и прочность.
4. Установлен эффект повышения пластичности образцов сплавов в мелко- и ультрамелкозернистом состоянии после одноосного сжатия образцов в аустенитном состоянии, а также в мартенситном состоянии при механических испытаниях на растяжение.

Теоретическая и практическая значимость результатов диссертационной работы

Фундаментальные результаты, полученные в диссертации, включая концентрационные и температурные зависимости фазовых переходов и структурно-морфологические закономерности термоупругих мартенситных превращений, расширяют существующие представления о механизмах фазовых превращений мартенситного типа и закладывают основы для теоретического обобщения и практического применения таких материалов. Полученные результаты по исследованию микроструктуры и свойств исследованных сплавов представляют несомненный интерес для широкого круга специалистов, занимающихся сплавами с эффектом памяти формы, а также позволяют сформулировать задачи прикладных исследований с целью практического использования данных сплавов для разработки функциональных элементов в конструкциях различного назначения.

Достоверность и обоснованность результатов исследования

Достоверность полученных результатов обоснована использованием аттестованных образцов, проведением измерений на сертифицированном оборудовании и исследований на современном структурно-аналитическом оборудовании, воспроизводимостью результатов на большом числе сплавов и их согласием с известными в литературе данными, полученными другими методами.

Апробация работы

Результаты работы обсуждались на многочисленных научных конференциях, хорошо представлены в достаточном количестве публикаций в рецензируемых отечественных и зарубежных научных изданиях с высоким импакт-фактором, что свидетельствует об их международном признании. Автореферат работы полно и правильно отражает содержание диссертации. Содержание диссертации соответствует указанной специальности.

Замечания по диссертационной работе

1. К сожалению, в работе не проведена оценка уширения отражений рентгеновских лучей на рентгенограммах образцов сплавов Cu-Al-Ni, что было бы полезно при обсуждении происходящих в этих сплавах структурно-фазовых превращений.

2. В работе по результатам измерения $\rho(T)$, например, рис.4.19,а обнаружено существенное увеличение ширины петли температурного гистерезиса при прямом и обратном мартенситном превращении на образцах сплава Cu-14Al-3Ni после их кручения под высоким давлением (10 оборотов). Нам представляется, что имело бы смысл обсудить в работе физическую причину столь широкого температурного гистерезиса после кручения образцов под давлением по сравнению с узким температурным гистерезисом (по $\chi(T)$ на рис.4.19 г) в образцах этого сплава после их повторной закалки от высокой температуры.

3. В работе автор использовал термин проэвтектоидный распад, но не пояснил физический смысл этого термина.

Указанные замечания не снижают ценности диссертационной работы и ее высокой положительной оценки.

Общая оценка диссертационной работы

В целом диссертационная работа Свирида Алексея Эдуардовича «Структура, фазовые превращения и свойства эвтектоидных β -сплавов на медной основе с эффектом памяти формы» является законченной научно-квалификационной работой, в которой получены важные теоретические и экспериментальные результаты. Диссертация имеет все необходимые разделы от формулировки цели, поставленных задач, методов их решения до результатов расчетов и экспериментов, их анализа, выводов и заключения. Материалы работы представлены в большом количестве публикаций. Автореферат диссертации и публикации полно и правильно отражают содержание работы.

Заключение

Считаем, что диссертационная работа Свирида Алексея Эдуардовича «Структура, фазовые превращения и свойства эвтектоидных β -сплавов на медной основе с эффектом памяти формы» соответствует требованиям пункта 9 «Положения о присуждении учёных степеней» ВАК РФ и пунктам 1, 2, 3 паспорта специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния, а ее автор Свирид Алексей Эдуардович заслуживает присуждения ему ученой

степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа, автореферат и отзыв обсуждены и единогласно одобрены на заседании семинара лаборатории материаловедения сплавов с памятью формы Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), протокол № 65 от 22.10.2020г.

Доктор физико-математических наук, профессор,
заведующий лабораторией материаловедения
сплавов с памятью формы ИФПМ СО РАН,

Александр Иванович Лотков

Лоткова А.И. удостоверяю
руководитель ИФПМ СО РАН

Матолыгина Наталья Юрьевна

Адрес: 634055, г. Томск, просп. Академический, 2/4
тел.: (3822) 492696; e-mail: lotkov@ispms.tsc.ru

*С отзывом ознакомлен
Свиридов А.Г. 1
03.11.2020*

Сведения о ведущей организации

по диссертации Свирида Алексея Эдуардовича «Структура, фазовые превращения и свойства эвтектоидных β -сплавов на медной основе с эффектом памяти формы» по специальности 01.04.07 Физика конденсированного состояния, представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Полное наименование организации в соответствии с уставом	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук
Сокращенное наименование организации в соответствии с уставом	ИФПМ СО РАН
Ведомственная принадлежность	Министерство науки и высшего образования РФ
Почтовый индекс, адрес организации	634055, Томская область, г. Томск, проспект Академический, д. 2/4
Адрес официального сайта в сети «Интернет»	www.ispms.ru
Адрес электронной почты	root@ispms.tomsk.ru
Контактный телефон (с кодом города)	+7(3822)491881
Наименование структурного подразделения, которое будет составлять отзыв	Лаборатория материаловедения сплавов с памятью формы
Сведения о лице, утверждающем отзыв ведущей организации (ФИО, должность, ученая степень, ученое звание)	Колубаев Евгений Александрович, директор Института, доктор технических наук
Список основных публикаций работников структурного подразделения, составляющего отзыв, за последние пять лет по теме диссертации (не более 15 публикаций).	<p>1. Aleksandr Lotkov, Anatoly Baturin, Vladimir Kopylov, Victor Grishkov and Roman Laptev Structural defects in TiNi-based alloys after warm ECAP //Metals.-2020.-V.10.-P.1154; doi:10.3390/met10091154</p> <p>2. Kashin O.A., Krukovsky K. V., Lotkov A. I. Grishkov V. N. Effect of true strains in isothermal <i>abc</i> pressing on mechanical properties of Ti_{49,8}Ni_{50,2} alloy// Metals.-2020.-V.10.-P.1312; DOI:10.3390/met10101313</p> <p>3. Poletika T.M., Girsova S.L., Lotkov A.I. Ti₃Ni₄ precipitation features in heat-treated grain / subgrain nanostructure in Ni-rich TiNi alloy //Intermetallics.-2020.-V.127. 106966</p> <p>4. Baturin A., Lotkov A., Grishkov V., Rodionov I., Bordulev Y., Kabylkakov Y. Hydrogen diffusion and the effect of hydrogen on structural transformation in binary TiNi based alloys// International Journal of Hydrogen Energy, V.44, Iss.55, 2019, pp.29371-29379. doi:10.1016/j.ijhydene.2019.04.243</p> <p>5. Lotkov A., Grishkov V., Baturin A., Timkin V. and Zhapova D. Yield Stress and Reversible Strain in Titanium Nickelide Alloys after Warm <i>Abc</i> Pressing // Materials, 2019, V.12, Iss.19, 3258; doi:10.3390/ma12193258</p>

6. Baturin A., Lotkov A., Grishkov V., Rodionov I., Kabdylkakov Ye., Kudiyarov V. The Effect of Hydrogen on Martensite Transformations and the State of Hydrogen Atoms in Binary TiNi-Based Alloy with Different Grain Sizes // *Materials*, 2019, V.12, Iss.23, 3956; doi:10.3390/ma12233956
7. Poletika T.M., Girsova S.L., Lotkov A.I., and Krukovskii K.V. The Evolution of the Microstructure and System of Ti_3Ni_4 Particles upon Heat Treatments of a Ti-50.9 at % Ni Nanocrystalline Alloy // *Technical Physics*. – 2019. – V.64. – Iss.4. – pp.490-496; doi:10.1134/S1063784219040182
8. Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Лотков А.И., Круковский К.В. Эволюция микроструктуры и системы частиц Ti_3Ni_4 при термообработках нанокристаллического сплава Ti - 50.9 at. % Ni // *ЖТФ*. – 2019. – Т.89. – №4. – С.534-540
9. Anatolii Baturin, Aleksandr Lotkov, Victor Grishkov, Ivan Rodionov, Victor Kudiiarov Effect of Hydrogen Redistribution during Aging on the Structure and Phase State of Nanocrystalline and Coarse-Grained TiNi Alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2018. – Vol.751. – P.359-363; doi: 10.1016/j.jallcom.2018.04.045
10. Лотков А.И., Гришков В.Н., Жапова Д.Ю., Гусаренко А.А., Тимкин В.Н. Влияние пластической деформации в мартенситном состоянии на развитие эффектов сверхэластичности и памяти формы в сплавах на основе никелида титана // *Письма в ЖТФ*. – 2018. – Т.44, Вып.21. – С.97-104.
11. Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Лотков А.И., Круковский К.В. Субструктурно-фазовые превращения при термообработках нанокристаллического сплава Ti-50.9 at.% Ni. *Письма в ЖТФ*. 2018. Т. 44, вып. 34. С.3-10.
12. Кашин О.А., Дударев Е.Ф., Лотков А.И., Гришков В.Н. Закономерности накопления неупругой деформации при квазистатическом и циклическом изгибе крупнозернистого и субмикрокристаллического никелида титана медицинского назначения // *Деформация и разрушение материалов*. 2017. № 5. С. 30–37.
13. А.И. Лотков, В.Г. Матвеева, Л.В. Антонова, О.А. Кашин, А.Н. Кудряшов. Основные направления модификации поверхности эндоваскулярных металлических стентов в решении проблемы рестенозов (Обзор 1 часть) // *Комплексные проблемы сердечно-сосудистых заболеваний*, № 1, 2017 г. С. 122-130. doi: 10.17802/2306-1278-2017-1-122-130.
14. А.И. Лотков, В.Г. Матвеева, Л.В. Антонова, О.А. Кашин, А.Н. Кудряшов. Основные направления модификации поверхности

	<p>эндоваскулярных металлических стентов в решении проблемы рестенозов (Обзор, 2 часть) // Комплексные проблемы сердечно-сосудистых заболеваний, № 3, 2017 г. С. 131-142 doi: 10.17802/2306-1278-2017-6-3-131-142</p> <p>15. Жапова Д.Ю., Лотков А.И., Гришков В.Н., Тимкин В.Н., Родионов И.С., Колеватов А.С., Белослудцева А.А. Неупругие свойства никелида титана после тёплого abc-прессования // Известия вузов. Физика. – 2016. – Т. 59. – №7/2. – С.60-64.</p>
--	--

Ученый секретарь ИФПМ СО РАН
мат. наук

Н.Ю. Матолыгина

