

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу Бобрук Елены Владимировны

«Наномасштабные особенности границ зерен и механизмы низкотемпературной сверхпластичности наноструктурированных сплавов на основе алюминия», представленную на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 2.6.6. «Нанотехнологии и наноматериалы»

Актуальность диссертации

Повышение эффективности и снижение материалоемкости в аэрокосмической, автомобильной и транспортной и др. отраслях напрямую связано с применением перспективных конструкционных материалов и передовых технологий их обработки. Одной из таких технологий является сверхпластическое формование (СПФ), позволяющее получать сложнопрофильные изделия за одну операцию с высокой точностью и без возникновения дефектов, характерных для традиционных методов обработки давлением. Однако широкое промышленное внедрение СПФ сдерживается двумя фундаментальными ограничениями: необходимостью использования относительно низких скоростей деформации (менее 10^{-4} с⁻¹) и повышенных температур ($\geq 0.6 T_{пл}$), что приводит к низкой производительности, высоким энергозатратам и нежелательным структурным изменениям в материале. В связи с этим актуальной научно-технической задачей является расширение температурно-скоростного диапазона сверхпластичности, в частности, реализация эффекта при пониженных температурах и/или повышенных скоростях деформации. Решение этой задачи позволит не только повысить экономическую эффективность СПФ, но и открыть возможности для обработки новых классов материалов.

Наиболее перспективным путем для достижения этой цели является целенаправленное создание в сплавах стабильной ультрамелкозернистой (УМЗ) или наноструктурированной матрицы. Ключевую роль в стабилизации такой структуры играют наноразмерные частицы вторичных фаз и зернограницные сегрегации атомов легирующих элементов. Однако до сих пор отсутствует систематическое понимание закономерностей их образования и влияния на механизмы сверхпластического течения. Таким образом, диссертационная работа Бобрук Е.В., направленная на комплексное исследование закономерностей структурно-фазовых превращений с образованием наноразмерных частиц и сегрегаций в ряде промышленно важных алюминиевых сплавов и последующее выявление особенностей механизмов сверхпластичности в расширенном температурно-скоростном диапазоне, является своевременной и **актуальной**.

Структура диссертации

Диссертация содержит 242 страницу текста, состоит из введения, 5 глав и выводов из 7 пунктов. Работа включает 123 рисунка, 16 таблиц, библиографический список из 222 наименования.

Введение включает в себя обоснование темы исследования, цель, основные задачи и положения, выносимые на защиту, научную новизну и практическую значимость, сведения об апробации результатов, личном вкладе, структуре и объеме диссертации.

В **первой главе** рассмотрен процесс распада пересыщенного твердого раствора в наноструктурированных сплавах системы Al-Zn. Исследование проводилось на сплавах с широким диапазоном содержания цинка: 2, 5, 10 и 30 мас.%. В ходе работы были выявлены и проанализированы закономерности выделения частиц Zn-фазы в различных структурных составляющих материала: внутри зерен, в тройных стыках и, что особенно важно, по границам наноструктурированных зерен. Этот процесс инициировался в рамках деформационно-термической обработки, сочетающей большие пластические деформации и кратковременные in-situ отжики. Параллельно изучалось механическое поведение этих сплавов при пониженных температурах. Отдельным и ключевым результатом главы стало определение особенностей механизма сверхпластичности, который был зафиксирован при

ВХОД. № 4441-13
«18» 11 2025г.

комнатной температуре. Для подтверждения этого механизма были проведены специальные in-situ эксперименты на модельном сплаве Al-30Zn. Предложена феноменологическая модель, демонстрирующая эволюцию УМЗ структуры сплавов системы Al-Zn, сопровождающейся фазовыми превращениями. На основе экспериментальных данных методом теории функционала плотности были проведены расчеты влияния прослойки атомов Zn на границах зерен на сверхпластичность наноструктурированного сплава Al-30Zn при комнатной температуре.

Во **второй главе** проведен комплексный анализ особенностей формирования тонкой структуры при распаде пересыщенного твердого раствора в сплавах системы Al-Zn-Mg. Ключевыми фактором при этом являются сегрегация атомов цинка и магния на границах зерен алюминиевой матрицы, а также формирование вторичных частиц интерметаллидной фазы $MgZn_2$ (η -фазы). Центральное место в исследовании занимает изучение синергетического и конкурентного влияния легирующих элементов — цинка и магния — на способность высокопрочных наноструктурированных сплавов Al-Zn-Mg проявлять свойство сверхпластичности при пониженных температурах. Установлено, что введение этих элементов приводит к фундаментальным изменениям в структуре высокоугловых границ зерен в ультрамелкозернистых сплавах систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Zn-Mg-Zr. В условиях деформации, благодаря ускоренным диффузионным процессам, атомы цинка и магния мигрируют и концентрируются на границах зерен. Данные сегрегации играют критически важную роль: они способствуют значительному снижению температуры, при которой проявляется низкотемпературная сверхпластичность — вплоть до 170 °С. При этом, что немаловажно, после сверхпластической деформации материал сохраняет свое высокопрочное состояние, оставаясь в наноструктурированном состоянии.

Третья глава посвящена анализу условий создания наноструктурного состояния в сплаве 1565с системы Al-Mg-Mn с помощью деформационно-термической обработки. Рассмотрено влияние наноструктурного состояния на проявление эффекта сверхпластичности, но в нестандартных условиях, а при относительно низких температурах и высоких скоростях деформации. Результаты работы демонстрируют, что способность данного сплава к высокоскоростной низкотемпературной сверхпластичности объясняется комплексом структурных изменений. Ключевым фактором является не просто формирование структуры с зернами нанометрового размера, но и возникновение двух типов фаз: 1) на границах зерен образуются сегрегации атомов магния и наноразмерные частицы интерметаллидной фазы Al_3Mg_2 ; 2) внутри зерен присутствуют дисперсные частицы фаз Al_6Mn и Al_3Zr . Роль этих частиц двояко: они эффективно тормозят движение дислокаций и подавляют миграцию границ зерен. Что, в свою очередь, предотвращает рост зерен при повышенных температурах, сохраняя стабильность наноструктуры, необходимую для сверхпластичности. Экспериментально установлено, что сплав Al-Mg-Mn будучи термически неупрочняемым, проявляет сверхпластичность при температуре всего 300 °С и скоростях деформации до 10^{-2} с^{-1} . Механизм этого явления заключается в комбинации двух процессов: кооперативного зернограницного проскальзывания и внутрезеренного дислокационного скольжения.

В **четвертой главе** изучены процессы, протекающих в наноструктурных термоупрочняемых сплавах Al-Mg-Si и Al-Cu-Mg в ходе деформационно-термической обработки. Основное внимание уделено кинетике распада пересыщенного твердого раствора, в результате которого образуются вторичные фазы, а атомы легирующих элементов концентрируются на границах зерен алюминия. Подробно охарактеризовано механическое поведение сплавов и выявлены специфические механизмы, ответственные за реализацию сверхпластичности. Проведенный анализ структурно-фазовых превращений показал, что ключевым фактором реализации низкотемпературной сверхпластичности является формирование особого распределения легирующих элементов. А именно, образование наноразмерных вторичных фаз и сегрегаций атомов на границах зерен. Именно эта специфическая микроструктура позволяет данным сплавам достигать состояния сверхпластичности в интервале от 150 до 270 °С.

Пятая глава содержит систематизацию параметров (температура, скорость деформации, размер зерен) и критериев (пластичность, уровень напряжений, коэффициент скоростной чувствительности), необходимых для проявления низкотемпературной сверхпластичности в наноструктурных алюминиевых сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si и Al-Cu-Mg. В главе диссертации также рассматриваются инновационные способы практического применения данного эффекта в сплавах перечисленных систем. На основании проведенных исследований была разработана карта, демонстрирующая влияние концентрации легирующих элементов (Zn, Mg, Cu), а также наличия сегрегаций и вторичных фаз, на температурно-скоростные режимы, при которых наблюдается низкотемпературная сверхпластичность в наноструктурных сплавах. Кроме того, была установлена роль сегрегаций атомов Zn, Mg, Si и Cu в реализации эффекта сверхпластичности при пониженных температурах по сравнению с мелкозернистыми аналогами. Проведено экспериментальное исследование и теоретическое 3D моделирование методами конечных элементов напряженно-деформированное состояние композита: наноструктурированная фольговая матрица из сплава Al-Mg-Mn после изотермической прокатки, наполнитель – высокопрочное непрерывное волокно.

В конце диссертации представлены **основные выводы, список литературы** и шесть приложений.

Научная новизна полученных результатов.

К наиболее интересным и важным научным результатам, а также практически значимым достижениям диссертационной работы следует отнести следующие:

- выявлены закономерности ранее не наблюдавшегося изменения фазового состава в наноструктурных сплавах системы Al-Zn после больших пластических деформаций, а именно, распад пересыщенного твердого раствора с образованием наноразмерной второй фазы в теле и в тройных стыках Al зерен, сопровождающегося распределением атомов легирующего элемента Zn в область границ зерен в процессе деформационно-термической обработки, что приводит к понижению температуры сверхпластичности за счет стимуляции зернограницного проскальзывания.

- установлены особенности формирования наноструктурного состояния, сопровождающегося распадом пересыщенного твердого раствора с образованием сегрегаций атомов Zn, Mg, Cu и регламентированным распределением вторичной фазы для достижения высокопрочного состояния в сплавах систем Al-Zn-Mg, Al-Mg-Si и Al-Cu-Mg конструкционного назначения в сочетании с эффектом низкотемпературной сверхпластичности при температурах 170-270°C. При этом серийно производимые аналоги в мелкозернистом состоянии проявляют сверхпластичность при температурах 380-520°C.

- обнаружены ключевые факторы формирования наноструктурного состояний сплава системы Al-Mg-Mn, сопровождающегося распадом пересыщенного твердого раствора с образованием вторичной фазы Al_3Mg_2 и сегрегацией атомов Mg на границы зерен для достижения высокоскоростной низкотемпературной сверхпластичности, которая осуществляется путем кооперативного зернограницного проскальзывания и внутризеренного дислокационного скольжения, затрудненного внутризеренными наночастицами. Формирование НС состояния в сплаве системы Al-Mg-Mn позволило снизить диапазон температур проявления сверхпластичности до 250-300°C в отличие от мелкозернистых серийных аналогов (450-520°C).

- показано влияние наночастиц вторичных фаз и сегрегаций атомов легирующих элементов на реализацию низкотемпературной сверхпластичности в сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si и Al-Mg-Mn с УМЗ структурой. Во всех случаях наночастицы вторичных фаз способствуют проявлению низкотемпературной сверхпластичности, но в различных температурно-скоростных условиях и по трем разным сценариям. Легирование цинком Al сплавов с ультрамелкими зернами приводит к образованию зернограницных прослоек атомов Zn шириной 2-3 нм, которые облегчают развитие полос сдвига по

механизму зернограничного проскальзывания, аккомодации которых способствуют развороту Al зерен. С увеличением содержания Zn (до 30 %) в наноструктурных сплавах Al-Zn температура реализации сверхпластичности снижается вплоть до комнатных температур. Присутствие других легирующих элементов, таких как Mg, приводит к образованию неоднородных зернограничных сегрегаций, а также наночастиц вторичной фазы в теле зёрен, первые из которых ограничивают рост зёрен, вторые – повышают напряжения, необходимые для действия внутрезеренного дислокационного скольжения, обеспечивая, таким образом, преимущественный вклад зернограничного проскальзывания в деформацию, для аккомодации которого, в свою очередь, необходимо усиление диффузионных процессов. Соответственно, температура проявления сверхпластичности, в этом случае, сдвигается в область более высоких значений (~170-200°C).

- установлено, что в термически неупрочняемом наноструктурном сплаве Al-Mg-Mn наблюдается проявление высокоскоростной низкотемпературной сверхпластичности (скорость деформации до 10^{-2} с^{-1}) при температуре 300°C, которая осуществляется путем сочетания кооперативного зернограничного проскальзывания и внутрезеренного дислокационного скольжения, затрудненного внутризеренными наночастицами.

- составлена карта температурно-скоростных условий проявления низкотемпературной сверхпластичности с учетом наномасштабных особенностей тонкой структуры в сплавах систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si и Al-Mg-Mn в наноструктурном состоянии и феноменологическое описание действия различных факторов, обуславливающих реализацию зернограничного проскальзывания/кооперативного зернограничного проскальзывания в разных температурно-скоростных интервалах.

- на основе моделирования методом конечных элементов и физического эксперимента температурно-скоростных условиях протекания низкотемпературной сверхпластичности продемонстрирована возможность изготовления бездефектных композитов из наноструктурной матрицы сплава Al-Mg-Mn, армированной непрерывным волокном, и изделий сложной формы из наноструктурных сплавов систем Al-Zn-Mg, Al-30Zn в условиях низкотемпературной сверхпластичности при многоосном нагружении с сохранением УМЗ структуры и прочностных свойств в конечном изделии.

Практическая и теоретическая значимость работы. В диссертации детально и систематически изучены закономерности структурных и фазовых изменений в наноструктурированных алюминиевых сплавах (систем Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Mn, Al-Mg-Si, Al-Cu, Al-Cu-Mg). В частности, исследованы процессы формирования наночастиц вторичных фаз и сегрегации легирующих элементов на границах зерен. Полученные результаты позволят расширить температурно-скоростные диапазоны, в которых эти сплавы проявляют эффект сверхпластичности. Предложены механизмы реализации сверхпластичность в условиях пониженных температур и повышенных скоростей деформации. Результаты работы имеют фундаментальное **теоретическое значение** для физического материаловедения и создадут научную основу для **практической разработки** новых поколений алюминиевых сплавов, предназначенных для высокоэффективного СПФ.

Ключевые выводы и положения диссертационного исследования могут быть использованы в научных и производственных организациях России (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», ИФТТ РАН, ИМЕТ РАН, ИФМ УрО РАН и др.), а также в учебном процессе ведущих высших учебных заведений РФ (МГУ, НИТУ «МИСиС», РТУ МИРЭА, НИЯУ МИФИ и др.).

Достоверность полученных результатов

Достоверность представленных экспериментальных результатов, обоснованность выводов и научных положений, выносимых на защиту, не вызывает сомнений. Автор диссертации широко и высококвалифицированно использовала современные методы исследования структурно-фазовых превращений и механических свойств сплавов в комплексе с тщательным статистическим анализом экспериментальных результатов. В

диссертации проведено теоретическое моделирование, полученных экспериментальных результатов, на атомном уровне основанного на теории функционала электронной плотности и моделированием методом конечного элемента.

Результаты и выводы диссертации были апробированы на многочисленных российских и международных конференциях и опубликованы в 54 научных статьях авторитетных рецензируемых журналах, входящих в список изданий, рекомендованных ВАК РФ, а также в международные базы цитирования Web of Science и Scopus. Автором диссертации получено 4 патента на изобретение. Автореферат диссертации и публикации диссертанта правильно и достаточно полно отражают содержание диссертации.

Замечания по диссертационной работе

1. В диссертации в главе 1 и 3 автор проводит наноструктурирование исследуемых сплавов методом кручения под высоким давлением (КВД) при количестве оборотов подвижной наковальни равной 10 оборотам. В диссертации отсутствует обоснование выбора именно 10 оборотов для проведения деформации методом КВД. Кроме того, возникает вопрос, проводились ли параллельные исследования по влиянию величины деформации при КВД на эволюцию структуры и свойств исследуемых сплавов — как при меньшем, так и при большем количестве оборотов подвижной наковальни.

2. Хорошо известно, что при КВД наблюдается неоднородность деформации вдоль радиуса образца, что приводит к структурной неоднородности в образце. Следует пояснить, каким образом данный фактор был учтен в работе, в частности при использовании локальных методов исследования, таких как просвечивающая электронная микроскопия и измерение микротвердости и др., а также при последующем анализе полученных данных и формулировании выводов.

3. В работе проводилось наноструктурирование сплавов методами больших пластических деформаций: КВД и РКУП. Однако, в тесте диссертации не представлены значения величины истинной деформации для выбранных режимов деформирования. Отсутствие данной информации затрудняет сопоставление полученных результатов.

4. В диссертации показано, что легирование цинком Al сплавов с УМЗ структурой приводит к образованию зернограницных прослоек атомов Zn шириной 2-3 нм, которые облегчают зернограницное проскальзывание и способствуют развороту Al зерен. Однако, в диссертации подробным образом не обсуждается вопрос влияния размера Zn зернограницных прослоек на реализацию эффекта сверхпластичности в исследуемых сплавах.

5. В главе 1.3.3 представлены результаты испытаний на сжатие микростолбиков диаметром ~ 3 мкм и высотой ~ 10 мкм для сплавов системы Al-Zn. Возникает вопрос о воспроизводимости полученных результатов при переходе на масштаб макрообразцов.

6. В главе 4.5. диссертации (стр. 160) проведены оценки эффективной длины пробега атомов при диффузии (λ) Cu в Al. Автор делает вывод, что в условиях возможного повышения температуры во время КВД до 50 °C значение λ будет менее 1 нм, что слишком мало для стимулирования зарождения крупных Cu частиц с высокой плотностью. Однако в ряде работ было показано, что в ходе деформации методом КВД и др. может наблюдаться повышение температуры в образце до 200 К и выше (например, Li, J.G. The Dynamic phase transformation and formation of nanocrystalline structure in SUS304 austenitic stainless steel subjected to high pressure torsion / J.G. Li, M. Umemoto, Y. Todaka, K. Fujisaku and K. Tsuchiya // Rev. Adv. Mater. Sci. — 2008. — V. 18. — № 7 — P. 577-582). Насколько в этом случае справедливы сделанные расчеты.

7. Автор утверждает (стр. 93), что объемная доля кристаллической η -фазы $MgZn_2$ определена как отношение суммы площадей под пиками η -фазы к сумме площадей под всеми пиками на дифрактограмме в диапазоне углов дифракции. Возникает вопрос, какая точность определения объемной доли кристаллических фаз в сплавах данным методом, если в работе учитывалось только соотношение между суммарными интегральными

интенсивностями рентгеновских линий и не учитывались другие дифракционные параметры, например, линейный коэффициент ослабления рентгеновского излучения и др.?

8. В работе встречаются опечатки и стилистические ошибки (например, на стр. 129-130 текст абзаца дублируется дважды), а также используются не всегда удачные термины, например, «грубая фаза» и др. Текст диссертации изобилует аббревиатурами и некоторые из них не расшифрованы в тексте, например, ВДС и АПТ. Также в диссертации не всегда представлены результаты расшифровки микродифракционных ПЭМ изображений (например, рис 2.3а и др.).

Сделанные замечания не носят принципиального характера и не снижают общей положительной оценки диссертационной работы.

Заключение.

С учетом актуальности темы диссертации, уровня реализации, объема и полноты выполненных исследований, апробации и отражения полученных результатов в научных публикациях имеются все основания рассматривать диссертационную работу Бобрук Е.В. как законченную научно-квалификационную работу, в которой на основании выполненных автором экспериментальных исследований разработаны фундаментальные основы и предложены физические модели, вносящие значительный вклад в физику наноматериалов и установления общих механизмов реализации сверхпластичности при пониженных температурах и повышенных скоростях деформации.

Диссертационная работа Бобрук Е.В. «Наномасштабные особенности границ зерен и механизмы низкотемпературной сверхпластичности наноструктурированных сплавов на основе алюминия», полностью удовлетворяет требованиям ВАК, соответствует паспорту специальности 2.6.6. «Нанотехнологии и наноматериалы» и отвечает требованиям, п.п. 9-14 «Положения о присуждении учёных степеней» утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор, Бобрук Елена Владимировна, несомненно, заслуживает присуждения искомой степени доктора физико-математических наук по специальности 2.6.6. «Нанотехнологии и наноматериалы».

Официальный оппонент:

доктор физико-математических наук по специальности 1.3.8 – «Физика конденсированного состояния», доцент, профессор кафедры нанoeлектроники Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет»

07 июля 2025 г.

уи

Сундеев Роман Вячеславович

Согласен на обработку персональных данных

Подпись Сундеева Р.В. заверяю

Ученый секретарь РТУ МИРЭА

уи



Н.В. Милованова

Контактная информация:

Почтовый адрес: 119454 г. Москва, проспект Вернадского, д. 78

Адрес электронной почты: sundeev55@yandex.ru