

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию НИКОНЕНКО А.В. «**Влияние имплантации ионами алюминия на формирование градиентных слоев сплава ВТ1-0 в различных структурных состояниях**», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.5 – Физическая электроника

**Актуальность темы диссертации.** В настоящее время для эффективного повышения эксплуатационных поверхностных свойств металлических материалов широко применяют пучковые технологии модификации поверхностных слоев, формирования многокомпонентных пленок и покрытий. Поверхности материалов, при использовании этих методов, обрабатывают высокоэнергетическими пучками ионов, электронов, фотонов, что приводит к модификации фазового, элементного составов в поверхностном слое, толщиной от единиц до десятков и даже сотен микрон, созданию многослойных многофазных структур с градиентным изменением характеристик слоев и, как следствие, кардинальному изменению эксплуатационных характеристик. **Тема диссертации актуальна**, поскольку исследования, проведенные в работе Никоненко А.В., направлены на установление закономерностей формирования модифицированных слоев с многофазной, многослойной структурой, градиентным изменением зеренной/субзеренной и дефектной (дислокационной) структур в подслоях, их влияния на прочностные характеристики сплава ВТ1-0 с различным исходным типом зеренной структуры – субмикрокристаллической (СМК), ультрамелкозернистой (УМЗ), мелкозернистой (МЗ).

**Анализ содержания диссертации.** Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка литературы. Всего 194 страницы машинописного текста, в том числе содержит 113 рисунков, 22 таблиц.

В первой главе представлен обзор литературных данных о современном состоянии ионно-пучковых технологий и исследованиях, связанных с изменениями структуры в сплавах на основе титана, вызванными ионно-пучковыми воздействиями на их поверхности, поставлены цель и задачи диссертационного исследования.

Во второй главе описаны материалы, методы поверхностной обработки, методики приготовления образцов (тонких фольг на просвет) и структурных исследований.

В главах с третьей по шестую содержатся оригинальные результаты. В третьей главе приведены результаты экспериментальных (электронно-микроскопических) исследований сплава ВТ1-0 с СМК-, УМЗ-, МЗ- структурами в исходном состоянии до ионно-пучковых обработок, включая исследования

эволюции зеренной структуры, обусловленной термическими обработками. Здесь же обоснован выбор структурных состояний сплава ВТ1-0 с определенным размером зерна (СМК/УМЗ/МЗ) для последующей ионно-пучковой обработки. В четвертой и пятой главах приведены результаты электронно-микроскопических исследований сплавов с СМК-, УМЗ-, МЗ- структурами после ионно-пучковых обработок с вариацией доз облучения (три дозы). Проведено сравнение результатов для групп с разной исходной зеренной структурой, изучено влияние характеристик исходной зеренной структуры на элементный и фазовый составы, зеренно/субзеренную, дислокационную структуры и свойства модифицированного ионно-пучковым облучением материала. Определена роль размера зерна в эволюции структуры ионно-модифицированного сплава ВТ1-0. Шестая глава содержит описание основных механизмов упрочнения металлических материалов, которые могут быть индуцированы ионно-пучковой обработкой. Оценены вклады этих механизмов в величину предела текучести сплава ВТ1-0 и их изменение в зависимости от размера исходного зерна облучаемой подложки и дозы облучения. Завершается работа выводами, сделанными по результатам диссертационного исследования.

Систематический подход в организации исследований и анализа полученных результатов обусловили **научную ценность и новизну** полученных результатов.

**Достоверность** научных результатов, обоснованность выводов и выносимых на защиту положений обеспечены корректностью и обоснованностью поставленных задач, профессиональным использованием современных методов исследования, проведением обработок и получением большого количества согласованных между собой экспериментальных данных на сертифицированном оборудовании, а также согласием полученных экспериментальных результатов с известными литературными данными.

**Научная новизна** результатов, представленных в диссертационной работе, заключается в том, что: (1) впервые изучена структура ионно-модифицированных (в режиме высокодозовой имплантации ионов алюминия при трех дозах облучения) образцов сплава ВТ1-0, различающихся типом (СМК/УМЗ/МЗ) исходной зеренной структуры, на значительную глубину, превышающую глубину проективного пробега ионов внедрения (ионы алюминия), в 10-20 раз. Обнаружен слоевой характер изменения структуры ионно-модифицированных материалов, изучены основные характеристики слоев и их изменение по глубине от поверхности, включая – элементный и фазовый составы, зеренную/субзеренную и дислокационную структуру; (2) изучены закономерности послойного распределения ионов алюминия, имплантированного в матрицу сплава ВТ1-0, его роль в формировании новых интерметаллических фаз, зависимость этих процессов от размера зерна исходного материала и дозы облучения; (3) изучены механизмы упрочнения сплава ВТ1-0 с различным типом (СМК/УМЗ/МЗ) структуры, приведены оценочные данные вкладов этих механизмов в величины напряжения течения в зависимости от размеров зерен и доз облучения.

**Научная значимость** диссертации обусловлена фундаментальным характером результатов исследования в области физики ионно-пучковой модификации металлических материалов, что позволило выявить закономерности и условия формирования сложных многофазных структур, слоевой характер их эволюции по глубине от поверхности облучения, зависимости этих характеристик от размера зерна исходного материала, дозы ионного облучения.

**Практическая ценность** диссертации обусловлена тем, что результаты диссертационного исследования можно рассматривать как фундаментальную основу для обоснования и развития ионно-пучковых технологий обработки металлических материалов.

#### **Замечания по работе.**

1. В работе нет данных о длине проективного пробега ионов Al при использованных режимах ионно-пучкового облучения ИИ, хотя эта характеристика упоминается при обсуждении результатов (см. с.95, 96, 111). Поскольку эти данные отсутствуют и сопоставление их с размерами ионно-модифицированных зон не проводится, то из изложенного следует неверное заключение, что ионно-пучковое воздействие распространяется на весь объем материала, а не на его поверхностный слой.

2. На с. 98 сообщается, что «...Как следует из рисунка 4.24 б, слой 1 соответствует оксидной пленке и содержит преимущественно кислород и титан и лишь небольшое количество алюминия....». Однако, ни на рис. 4.24а, ни на рис. 4.24б нет доказательств присутствия кислорода. Следовательно – не доказано, что толщина оксидного слоя в УМЗ- увеличилась (см. конец с. 98).

3. На Рис. 4.37 представлены важные сравнительные результаты ЭОС-анализа. Однако сами результаты и их обсуждение вызывает много вопросов:

(а) – «...Увеличение дозы имплантации приводит к монотонному уменьшению концентрации кислорода в образцах СМК-сплава...». Этот вывод не следует из рис. 4.37 а-в;

– здесь же: «Увеличение дозы имплантации приводит к.... постепенному уменьшению (концентрации кислорода) в образцах УМЗ-сплава...». Почему в поверхностном слое концентрация кислорода уменьшается с увеличением дозы?

(б) «...В-третьих, увеличение дозы имплантации как в СМК-сплаве, так и в УМЗ, приводит к смещению максимума концентрации алюминия к верхней границе ионно-легированного слоя...» Этот результат справедлив только для УМЗ-сплава и не выполняется в образце с СМК-структурой.

(в) Почему интегральное количество алюминия (соответствующее площадям под соответствующими кривыми) различное в СМК- и УМЗ-образцах при одинаковых дозах облучения?

(г) Только для случая МК-зерен (см. с. 148-150), указывается как распределяются атомы алюминия и сколько его необходимо для формирования интерметаллидов  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$ . Это пояснение должно было быть сделано значительно раньше, для образцов с СМК- и УМЗ-структурами.

4. На с.117 утверждается, что «...анализ элементного состава методом ПЭМ с использованием ЭДС... показал наличие оксидной пленки в образцах сплава ВТ1-0, находящегося как в СМК-, так и в УМЗ-состояниях, и имплантированных с разными дозами (рисунок 4.38)...». Однако, на рис. 4.38 г-е кислорода нет вообще, кроме того данные по концентрациям Al, O, полученные этими двумя методами, не согласуются между собой. Как это можно объяснить?

5. На с.117 имеет место противоречие высказываний в одном абзаце: «...имплантация приводит к измельчению зеренной структуры по всей толщине ионно-легированного слоя. ....Это ... следует из рисунка 4.39: .....в УМЗ-состоянии приводит к увеличению их (*средних размеров зерен*) размеров...». Понятно, что если размер исходного зерна велик, то и фрагменты будут большего размера, по сравнению с фрагментами «разбитого» зерна меньшего размера.

6. Текст диссертации написан неточным научным языком, содержит стилистические и пунктуационные погрешности, грешит большим количеством терминов технического жаргона, например: «относительно анизотропии зерна» (с.35), «фазовых составляющих» (с.39), «Основная доля поперечного размера зерна» (с.55), «рентгеновский профиль фазового состава» (с.67, 92), «каждое зерно дает свои отражения» (с.73), «оценки оксидных фаз» (с.82), «Глубина (вместо *толщина*) слоя 3 ...» (с.82), «размер зерна *выше*...», вместо «*больше*» (с. 83), «Изменения амплитуды... *приведена* на рисунке...» (с.87), «методом РФА – методом скользящего пучка» – нет такого метода (с.92), «поведение зеренной структуры» (с.96), много повторов, усложняющих восприятие материала, например словосочетание «дальнодействующие (моментные, то есть локальные) напряжения» повторяется 3-ды на одной с. 108, разные обозначения одних и тех же объектов (см. с. 131, 133, по всему тексту) – «Ti-СМК, Ti-УМЗ, Ti-УМЗ, мишени титана, СМК-образцы, УМЗ-образцы,...»), «*имплантации ионами* алюминия» вместо *имплантации ионов* алюминия (с.134), «напряжения «леса» дислокаций» (с.152).

Указанные замечания не снижают общую положительную оценку основных результатов работы.

**Диссертация соответствует паспорту специальности 1.3.5. Физическая электроника (технические науки), пункт 5 "Физические явления в твердотельных микро- и нано-структурах, молекулярных структурах и кластерах; проводящих, полупроводниковых и тонких диэлектрических пленках и покрытиях"; пункт 6 "Изучение физических основ плазменных и пучковых технологий, в том числе модификации свойств поверхности, нанесение тонких пленок и пленочных структур".**

**Заключение.** Диссертационная работа Никоненко А.В. является законченным научным исследованием, выполненным на актуальную тему на высоком методическом уровне. Автореферат отражает содержание диссертации. По теме диссертации опубликовано 46 научных работ, в том числе – 7 статей в научных журналах из перечня ВАК, 11 статей в журналах библиографических баз Web of Science и Scopus.

По уровню решаемых задач, научной новизне, практической значимости, объему полученных результатов диссертационная работа «Влияние имплантации ионами алюминия на формирование градиентных слоев сплава ВТ1-0 в различных структурных состояниях» соответствует критериям «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 (ред. от 11.09.2021) и удовлетворяет требованиям ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям (п. II. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней), а сам диссертант заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.5 – Физическая электроника.

Официальный оппонент,  
главный научный сотрудник лаборатории материаловедения покрытий и нанотехнологий Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), доктор физико-математических наук, профессор

Л.Л. Мейснер

«07» июня 2022 г.

Подпись Мейснер Л.Л. удостоверено.  
Ученый секретарь ИФПМ СО РАН, к.ф.-м.н.

Н.Ю. Матолыгина

Сведения об оппоненте:

Мейснер Людмила Леонидовна, д.ф.-м.н., профессор.

Главный научный сотрудник ИФПМ СО РАН, 634055, г. Томск, пр-т. Академический, 2/4, ИФПМ СО РАН, тел.: 8(3822) 286989,

E-mail: [llm@ispms.ru](mailto:llm@ispms.ru)

