

## **ОТЗЫВ**

официального оппонента на диссертационную работу

Никоненко Алисы Владимировны

«Влияние имплантации ионами на формирование градиентных слоев сплава  
VT1-0 в различных структурных состояниях»,  
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук  
по специальности 1.3.5. – «Физическая электроника»

### **Актуальность темы диссертационной работы**

Титановые сплавы широко применяются в технике и, в частности, в медицине. Применение титана как конструкционного материала обусловлено благоприятным сочетанием его высокой механической прочности, коррозионной стойкости, жаропрочности и малой плотности. К существенному повышению предела текучести и прочности титановых сплавов приводит измельчение зерна. Известно, что наряду с традиционными способами формирования необходимых структурных состояний металла для улучшения коррозионных, трибологических и механических свойств сплавов в последнее время все чаще используются методы ионно-лучевой обработки. Улучшение физико-химических свойств металлов в условиях ионного облучения связано, в частности, с формированием в поверхностных слоях nano-размерных вторичных фаз, твердых растворов и различного рода градиентных структур. Дополнительная стабилизация структуры материалов, имеющих микронный размер зерна, может осуществляться путем закрепления границ зерен и их стыков частицами интерметаллидных фаз, что обеспечивает значительное упрочнение. К сожалению, пока еще исчерпывающим образом не выяснены физические механизмы упрочнения титановых сплавов за счет уменьшения размера зерна и в результате ионной имплантации. Это касается формирования нанокристаллических интерметаллидных фаз, твердых растворов переменного состава, а также дислокационного и дисперсионного упрочнения. Наибольший интерес в качестве имплантируемых ионов представляют ионы алюминия, так

как интерметаллидные фазы системы Ti-Al имеют особые свойства. Ожидается, что формирование этих фаз в поверхностных слоях титановых сплавов позволит значительно улучшить их физико-механические характеристики.

Остаются открытыми вопросы, связанные с механизмами диффузии легирующих элементов в поверхностных слоях титана в условиях ионного облучения, с учетом размера зерна титановой матрицы и дозы облучения.

В связи с этим считаю диссертационную работу Никоненко Алисы Владимировны, посвященную исследованию влияния ионной имплантации на формирование градиентных слоев в сплаве VT1-0 актуальной, соответствующей тенденциям развития современной науки о материалах и их применения в различных отраслях науки и техники.

### **Общая методология и методика исследования**

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы и Приложения. Работа изложена на 196 страницах текста в стандартном формате, содержит 113 рисунков, 22 таблицы и список литературы из 159 источников.

Цель диссертационной работы состоит в выявлении закономерностей формирования упрочненных градиентных слоев титанового сплава VT1-0 в исходных состояниях (субмикроструктурном, мелкозернистом и ультрамелкозернистом) и в модифицированных структурно-фазовых состояниях, полученных в результате имплантации в этот сплав ионов алюминия в непрерывном режиме ( $E=30$  кэВ,  $F=1 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> –  $10 \times 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>).

**В первой главе** (литературный обзор) описаны титановые сплавы, формирование градиентных структур и рассмотрена диаграмма состояния системы Ti-Al.

**Во второй главе** представлены режимы ионной имплантации, методы исследования и измерения параметров структуры мишени.

**В третьей главе** изложены результаты исследования влияния температуры отжига в температурном интервале 573-823 К на структуру и фазовый состав технически чистого титанового сплава VT1-0 в его исходном состоянии после

операции прессования (до проведения ионной имплантации). Установлена зависимость линейных размеров зерна и фазового состава сплава от температуры отжига. Определена скалярная плотность дислокаций в структуре сплава, различие которой в крупных и мелких зернах обуславливает формирование напряжений сдвига (скалывающих напряжений).

**В четвертой главе** описаны результаты воздействия ускоренных ионов алюминия на сплав ВТ1-0 в СМК- и УМЗ- структурных состояниях. Представлено подробное описание различных по глубине приповерхностных слоев металла, их фазового состава, соответствующих линейных размеров зерна, расположения и размеров интерметаллидных фаз. Рентгеноструктурный фазовый анализ (РФА) выполнен методом скользящего пучка, с углом скольжения  $3^\circ$ . При всех дозах ионной имплантации и размерах зерен мишени присутствуют фазы  $\alpha$ -Ti (матрица сплава), интерметаллида  $Ti_3Al$  и оксида  $TiO_2$ . Изучена дефектная структура СМК- и УМЗ- материалов и формирующихся в них внутренних напряжений. Методами ЭДС и Оже-спектроскопии определены профили внедренного алюминия и кислорода. В силу того, что концентрация внедренного алюминия на глубине 1-2 мкм может достигать 2.5 ат.%, сделан вывод о проявлении эффекта дальнего действия, который автор объясняет радиационно-усиленной диффузией. Установлено, что имплантация ионами алюминия сплава ВТ1-0 приводит к формированию градиентной структуры, состоящей из 5 слоев: 1 – оксидный слой; 2 – ионно-легированный слой; 3 – слой с измельченной зеренной структурой; 4 – слой остаточного влияния имплантации; 5 – слой с исходной зеренной структурой.

Это является новым и весьма существенным результатом, впервые установленным в исследованиях А.В. Никоненко.

В главе изучено влияние дозы имплантации (флюенса) на изменение среднего размера зерна.

**Пятая глава** посвящена изучению формирования градиентных слоев в сплаве ВТ1-0 с МЗ структурой при различных флюенсах ( $10^{17}$  и  $10^{18}$  см<sup>-2</sup>) и структурно-фазовому анализу этих слоев. Установлена глубина легированного

слоя (~ 800 нм), независимо от дозы облучения. Наблюдается влияние дозы облучения на размер зерна. Изучено изменение объемной доли интерметаллидных фаз по глубине мишени. Зависимость имеет максимум в слое 3 с измельченной зеренной структурой.

**В шестой главе** представлены результаты исследования влияния дозы имплантируемых ионов на предел текучести сплава ВТ1-0 в СМК-, УМЗ- и МЗ-структурных состояниях, а также оценки вклада отдельных механизмов упрочнения. Исследования показали, что основное упрочнение имеет место в ионно-легированном слое во всех исследованных структурных состояниях.

**В разделе «Выводы»** А.В. Никоненко сформулированы основные результаты работы.

#### **Научная новизна результатов**

Автором приготовлены и исследованы сплавы с различными параметрами зеренной структуры (СМЗ, УМЗ и МЗ) марки ВТ1-0. Впервые подробно изучены особенности структурно-фазового состояния градиентных слоев, формируемых в ходе различных режимов имплантации ионов алюминия.

Установлено, что в результате внедрения ускоренных ионов алюминия в сплав ВТ1-0, по его глубине образуется градиентная структура, впервые детально изученная А.В. Никоненко в представленной диссертационной работе, состоящая из пяти различных по фазовому составу и структуре зерна слоев.

Впервые установлен характер распределения по глубине и изучены закономерности локализации алюминий-содержащих фаз в ионно-модифицированном титане. Установлено, что в ионно-легированном слое 1 весь Al находится в пересыщенном твердом растворе; во второй половине слоя 2 формируются интерметаллидные фазы  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$ ; в слоях 3 и 4 весь Al находится в интерметаллидных фазах с максимальной объемной долей по мере роста дозы облучения; в слое 5 алюминий отсутствует.

Установлены структурные вклады в упрочнение титанового сплава. В Ti-СМК и Ti-УМЗ сплавах основной вклад в упрочнение вносят зернограничные,

твердорастворные и моментные напряжения; в мелкозернистом состоянии – твердорастворные и моментные напряжения.

**Научная и практическая значимость диссертационной работы** заключается в углублении знаний о физических процессах формирования структуры, фазового состава, дислокационной субструктуры в сплаве ВТ1-0, подвергнутого имплантации ионов алюминия. Разработана послойная методика ПЭМ-исследования градиентных структур, которая может быть применена для изучения широкого спектра сплавов. Выявлен градиентный характер изменения структуры, фазового состава и дислокационной субструктуры сплава ВТ1-0 после имплантации ионами алюминия, что позволило количественно оценить механизмы упрочнения по глубине, подвергнутого ионно-лучевой обработке материала. Результаты диссертации могут быть использованы для исследования градиентных структур, образующихся при ионно-пучковой обработке широкого спектра наноструктурных и мелкозернистых материалов.

#### **Достоверность результатов**

Достоверность результатов рецензируемой работы обеспечивается использованием в ней современных взаимодополняющих методов исследования. Все эксперименты выполнены на сертифицированном аналитическом оборудовании с многократным их воспроизведением результатов эксперимента и накоплением статистических данных. Полученные данные, являясь принципиально новыми, не противоречат уже имеющимся сведениям, полученным другими авторами.

Основные результаты исследований опубликованы А.В. Никоненко в 18 научных статьях, 7 из которых в научных журналах и изданиях, входящих в перечень ВАК РФ и 11 статей в журналах, включенных в библиографические базы данных Web of Science и Scopus.

Автореферат диссертации правильно отражает ее содержание и позволяет оценить новизну, практическую значимость выполненных исследований, а также личный вклад автора в проделанную работу.

## **Вопросы и замечания по работе**

1. Недостаточно четко описана методика приготовления образцов для проведения ионной имплантации и для исследований аналитическими методами. Непонятно, из каких заготовок вырезались образцы для ионной имплантации, какова форма (диски, прямоугольники) и размеры этих образцов? Какие образцы использовались для исследований методами ПЭМ, РФА и Оже-спектроскопии (форма, планарные размеры, площадь, толщина) и какова локальность послойных измерений?

2. Автор часто в диссертации и автореферате использует неприемлемый термин «имплантация ионами», он же присутствует в названии диссертации.

3. Трудно понять, какова энергия имплантируемых ионов. А именно, на стр. 36 диссертации указано, что ускоряющее напряжение 50 кВ, ниже в таблице 2.3 – 30 кВ. А как на самом деле? Не указана площадь сечения пучка.

4. Как понять, фразу имплантация «проводилась в атмосфере аргона» (стр. 36 диссертации)?

5. Очень много опечаток, неточностей, некорректных обозначений и выражений как в диссертации, так и в автореферате. В таблице 2.3 диссертации, например, указано, что длительность импульса  $\tau_{\text{имп}}=275$  мкм. В этой же таблице для обозначения времени используются одновременно варианты “ч” и “час”. Отмечу еще для примера, что в выражении «Изменение объемных долей интерметаллидных фаз» (стр. 17 автореферата) в соответствии со стилистическими нормами следует, по-моему, все-таки писать «объемной доли».

Сделанные замечания не снижают ценности основных результатов работы А.В. Никоненко, а также общей высокой оценки выполненного исследования. Все они в основном относятся к характеру изложения, на что следует обратить внимание.

## **Заключение**

Считаю, что представленная диссертационная работа «Влияние имплантации ионами на формирование градиентных слоев сплава ВТ1-0 в различных структурных состояниях» представляет собой законченное научное

исследование, обладающее существенной научной новизной и практической ценностью. Выполненная работа полностью удовлетворяет требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Алиса Владимировна Никоненко, безусловно, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.5. – «Физическая электроника».

Главный научный сотрудник  
лаборатории пучковых воздействий  
Федерального государственного  
бюджетного учреждения науки  
Института электрофизики УрО РАН,  
д.ф.-м.н., проф.



В. В. Овчинников

«09» июня 2022 г.

620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт  
электрофизики Уральского отделения Российской академии наук»  
8 (343) 267-87-96 [admin@ier.uran.ru](mailto:admin@ier.uran.ru)

Подпись Овчинникова Владимира Владимировича  
заверяю, ученый секретарь института,  
к.ф.-м.н.



Е.Е. Кокорина