

Заключение диссертационного совета Д 01.015.01 на базе
Государственного учреждения «Донецкий физико-технический институт
им. А.А. Галкина»
Министерства образования и науки Донецкой Народной Республики по
диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета Д 01.015.01 от 19 января 2021 г. № 1

О ПРИСУЖДЕНИИ

Свиридовой Екатерине Антоновне

ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Эволюция структуры и свойств сплавов на основе алюминия и железа в аморфном и нанокompозитном состояниях в процессе нагрева» по специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния принята к защите «10» ноября 2020 г., протокол № 2 диссертационным советом Д 01.015.01 на базе Государственного учреждения «Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина» Министерства образования и науки Донецкой Народной Республики, адрес: Донецк-114, ул. Розы Люксембург, 72; приказ № 15 МОН ДНР от 18 января 2016 г. о создании диссертационного совета.

Соискатель Свиридова Екатерина Антоновна, 1983 года рождения, работает младшим научным сотрудником в Государственном учреждении «Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина» Министерства образования и науки Донецкой Народной Республики.

Диссертация выполнена в Государственном учреждении «Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина» (ГУ ДонФТИ) Министерства образования и науки Донецкой Народной Республики.

Научный руководитель – доктор физико-математических наук, старший

научный сотрудник Ткач Виктор Иванович, главный научный сотрудник отдела электронных свойств металлов ГУ ДонФТИ.

Официальные оппоненты:

1. Калинин Юрий Егорович, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры физики твердого тела Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования (ФГБОУ ВО) «Воронежский государственный технический университет (г. Воронеж);

2. Дроботько Валерий Федорович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, заведующий отделом фазовых превращений ГУ ДонФТИ (г. Донецк).

Ведущая организация – Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Донецкий национальный университет» (ГОУ ВПО ДонНУ) в своем положительном заключении, подписанном Безус Алексеем Викторовичем, кандидатом физико-математических наук, заведующим кафедрой общей физики и дидактики физики, указала, что диссертационная работа «Эволюция структуры и свойств сплавов на основе алюминия и железа в аморфном и нанокompозитном состояниях в процессе нагрева» соответствует требованиям ВАК при Министерстве образования и науки ДНР, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Работа отвечает требованиям п. 2.2 Положения о присуждении ученых степеней, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Свиридова Екатерина Антоновна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Соискатель имеет 53 опубликованных работы, в том числе по теме диссертации - 10 научных статей в рецензируемых научных изданиях и 25 тезисов научных конференций.

Наиболее значительные работы:

1. Влияние химического состава аморфных сплавов на основе Al на термически индуцированное охрупчивание / Е.А. Свиридова, В.В. Максимов, С.Г. Рассолов [и др.] // Физика твердого тела. – 2014. – Т. 56, №7. – С. 1304-1311.

2. Nanocrystallization and thermal stability of the $\text{Fe}_{45}\text{Ni}_{19,4}\text{Co}_{8,5}\text{Cr}_{5,7}\text{Mo}_{1,9}\text{B}_{14}\text{Si}_{5,5}$ amorphous alloy / V.I. Tkatch, V.K. Nosenko, T.N. Moiseeva [et al.] // J. Non-Cryst. Sol. – 2015. – Vol. 430. – P. 108-114.

3. Связь между структурными параметрами металлических стекол при температурах начала кристаллизации и пороговыми значениями эффективных коэффициентов диффузии / В.И. Ткач, Е.А. Свиридова, С.В. Васильев, О.В. Коваленко // Физика металлов и металловедение. – 2017. – Т. 118, №8. – С.806-814.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. Официального оппонента **Калинина Юрия Егоровича** с четырьмя замечаниями:

1.1. Представление в таблице 4.1 значений предэкспоненциальных множителей в форме логарифма размерной величины является неудачным. Представляется также желательным обсудить возможные физические причины широкого диапазона значений предэкспоненциальных множителей (от 10^{-11} до почти 10^{17} м²/с) в уравнениях, описывающих температурные зависимости эффективных коэффициентов диффузии.

1.2. Приведенная на рисунке 4.16 методика анализа кинетики начальных стадий превращения позволяет определить не долю превращенного объема при температуре начала превращения, как указано в работе, а ее прирост в процессе нагрева. Это означает, что при наличии некоторой доли кристалличности, сформированной в лентах в процессе закалки, рассчитанные по уравнениям 4.7 и 4.10 значения плотности кристаллитов будут заниженными.

1.3. Как следует из рис. 5.1в, в сплаве $\text{Al}_{86}\text{Ni}_6\text{Co}_2\text{Gd}_6$ наибольшая микротвердость 5410 МПа достигается после второй стадии кристаллизации, а не первой, как указано в тексте.

1.4. В работе имеется ряд других более мелких погрешностей и опечаток: рисунки 4.13 и 4.15а одинаковы, в выводе б к четвертой главе плотность кристаллитов при температуре начала кристаллизации должна быть 10^{24} м^{-3} , а не 10^{-20} м^{-3} , в ряде случаев размерность скорости нагрева приведена в К/мин.

2. Официального оппонента Дроботько Валерия Федоровича с шестью замечаниями:

2.1. В диссертации в главе 2 недостаточно четко описаны методы структурных исследований большеугловой и малоугловой рентгеновской дифрактометрии. При измерении на ДРОН-3М в диссертации не указана, какая использовалась фокусировка: по Бреггу-Брентано или в геометрии «прохождения». Также не приведена информация, из какого материала изготовлен держатель образца и какие паразитные рефлексии от него наблюдаются на дифрактограмме. При использовании формулы (2.1), стр. 53, для вычисления среднего размера кристаллов по ширине дифракционной линии, как правило, учитывается инструментальное уширение линии. Для определения инструментального уширения обычно проводятся предварительные съемки эталона с используемыми в эксперименте коллимационными параметрами (размер щелей и др.). В диссертации величина инструментального уширения линии не приведена.

2.2. В диссертации не указано, какая использовалась компьютерная программа для разложения дифракционных пиков рассеяния образцов с частично кристаллической нанокompозитной структурой на отдельные пики кристаллической и аморфной фаз. Достоверность такой профильной подгонки в диссертации предлагается определить визуально на рис. 2.1, стр. 54, вместо значений коэффициента детерминации R^2 и критерия согласия χ^2 , которые обычно используются при анализе дифрактограмм в качестве критерия точности подгонки. При подгонке дифракционного пика аморфно-кристаллических композиционных материалов профильными функциями важно знать положение аморфного гало, которое явно не проявляется на дифрактограмме (см. рис. 2.1,

стр. 54), и перекрывается, с одной стороны, с базовой линией, а с другой - с кристаллическим рефлексом. Поэтому, при разложении экспериментального рефлекса рассеяния следует использовать данные о положении и полуширине диффузного гало, полученные ранее из исходной аморфной фазы.

2.3. Отсутствие величины инструментального уширения линии и значений положения аморфного гало, перепроверенных подгонкой другими, отличными от лоренцевой, профильными функциями, и учитывая малый эффект смещения гало (на $0.02-0.05^\circ$) в сторону больших углов при нагреве до температур верхней границы охрупчивания, существенно ограничивает роль рентгеновского анализа в утверждении, что причиной термически активированного охрупчивания является уменьшение концентрации избыточного свободного объема металлических аморфных сплавов.

2.4. Имеется небольшое количество опечаток в тексте и в формулах, не все используемые обозначения пояснены. Так полуширина дифракционного максимума и объемный модуль упругости обозначены одной буквой « B », что затрудняет чтение диссертации. На стр. 55 в уравнения (2.4) для расчета объемной доли нанокристаллической фазы в числителе содержится не определенная автором величина A_c . Очевидно, вместо нее следует писать A_{cr} – общую интегральную площадь, соответствующую кристаллической фазе. На стр. 57 в определение волнового вектора рассеяния q вводится обозначение угла рассеяния φ , вместо ранее обозначенного угла θ .

2.5. В таблице 4.1 на стр. 103, в 5-й колонке приведены значения логарифма коэффициента диффузии D_0 . Нельзя брать логарифм от размерной величины, поскольку получаемое значение не имеет физического смысла, необходимо брать логарифм отношения двух размерных величин.

2.6. Экспериментальные данные малоуглового рентгеновского рассеяния нормировались на интенсивность падающего пучка (интенсивность рассеяния в нулевой угол $I(0)$), после чего в них вводилась поправка на коллимационные и паразитные искажения, но в описании ручной обработки данных методом Гинье

эта важная деталь опущена, хотя приведенные в дальнейшем графики содержат такую нормировку. На графике рис 2.2, стр. 57, по оси ординат не указана шкала относительных единиц $I(q)/I_0$. На графике рис.4.2, стр. 83, в координатах Гинье не указана шкала единиц $\ln(I(q)/I_0)$ и не приведены значения радиуса инерции (в диссертации – гирации) R_g , что в свою очередь не позволяет оценить область $(qR_g) < 1.3$, где выполняется закон Гинье.

3. ГОУ ВПО «Донецкий национальный университет» (ведущей организации) с пятью замечаниями:

3.1. В подразделе 2.1 «Выбор объектов исследования» представлено обоснование выбора составов группы сплавов $Al_{88-86}(Ni, Co, Fe)_{6-8}(Y, Gd, Nd, La)_{5-6}$ для решения конкретных задач исследования, однако не указана причина выбора именно этой группы.

3.2. Как указано в подразделе 2.2, толщины быстроохлажденных лент сплавов на основе алюминия лежат в диапазоне 20–60 мкм. Было бы желательно привести литературные оценки диапазона скоростей охлаждения для лент в приведенном диапазоне толщин и указать, учитывалось ли влияние термической предыстории на термическую устойчивость и кинетику процесса нанокристаллизации.

3.3. Обсуждение связи пороговых значений D_{eff} и вклада процесса зарождения было бы нагляднее, если бы значения плотности кристаллитов в закристаллизованных образцах были бы приведены в табл. 4.1.

3.4. В диссертационной работе приводятся результаты экспериментального исследования процессов структурной релаксации и кристаллизации металлических стекол на основе Al и Fe, изменений их структуры и механических свойств, термической устойчивости структуры и свойств сплавов в аморфном и нанокompозитном состояниях. Существенным дополнением к работе могло бы быть рассмотрение изменений не только механических, но и магнитных свойств аморфных лент. Интересным также являлось бы рассмотрение влияния добавок переходных и редкоземельных металлов на

магнитные свойства и термическую стабильность аморфных лент.

3.5. Следует отметить некоторые неточности к оформлению работы, например:

- рис. 2.1 носит качественный характер, желательно указать погрешность;
- в табл. 3.1 не указаны погрешности определения характеристических температур;
- для характеристики скорости нагрева желательно использовать по всему тексту единую размерность К/с;
- на стр. 95 приводится ссылка не на рис. 4.8, а на 4.11.

Отзывы на автореферат диссертации прислали:

4. Волков Александр Александрович, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник, зам. директора Федерального исследовательского центра «Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук» (ИОФ РАН), дал положительный отзыв на автореферат без замечаний.

5. Хоник Виталий Александрович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой общей физики, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный педагогический университет», дал положительный отзыв на автореферат с двумя замечаниями:

5.1. В реферате не приведены параметры аррениусовских уравнений температурных зависимостей эффективных коэффициентов диффузии, играющих определяющую роль в термической устойчивости, и сравнение энергий активации с энергиями активации кристаллизации.

5.2. Рецензент не разделяет утверждение автора о том, что потеря пластичности является следствием уменьшения свободного объема аморфной фазы. Несмотря на частое использование этой интерпретации для металлических стекол в целом, экспериментально она не доказана. Более правильным было бы

утверждение о том, что снижение пластичности сопровождается снижением свободного объема. Первопричина этого снижения может заключаться в другом.

6. Абросимова Галина Евгеньевна, доктор физико-математических наук, доцент, главный научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки высшего образования Институт физики твердого тела Российской академии наук (ИФТТ РАН), дала положительный отзыв на автореферат с двумя замечаниями:

6.1. В реферате (стр. 15) приведены величины прироста микротвердости стекол, обусловленные нанокристаллизацией, однако отсутствуют значения микротвердости этих сплавов в исходном аморфном и полностью закристаллизованном состояниях.

6.2. В таблице 1 не указаны ошибки определения характеристических температур.

7. Тихий Александр Александрович, кандидат физико-математических наук, старший преподаватель кафедры химии и биохимии, Государственное образовательное учреждение высшего образования Луганской Народной Республики «Луганский государственный педагогический университет», дал положительный отзыв на автореферат с двумя замечаниями:

7.1. В работе для решения конкретных задач исследования рассматривалась широкая группа составов сплавов $Al_{88-86}(Ni, Co, Fe)_{6-8}(Y, Gd, Nd, La)_{5-6}$, но причины выбора именно этой группы не поясняются.

7.2. В автореферате нет никаких упоминаний о статистической обработке экспериментальных данных, которая, несомненно, сыграла важную роль в определении величины сдвига дифракционных максимумов образцов, подвергнутых нагреву до температур верхней границы диапазона охрупчивания.

8. Домонов Денис Петрович, кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории порошковой металлургии, Обособленное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федеральный исследовательский центр «Кольский научный центр Российской

академии наук», Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева (ФИЦ КНЦ РАН), дал положительный отзыв на автореферат с двумя замечаниями:

8.1. Не указано, как контролировался химический состав сплавов и насколько он соответствовал номинальному.

8.2. В тексте реферата не приведены конкретные значения микротвердости исследованных сплавов, а лишь указаны величины прироста, обусловленные процессом нанокристаллизации.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что, во-первых, официальные оппоненты являются ведущими специалистами в области физики конденсированного состояния и исследований аморфных и нанокристаллических твердых тел; во-вторых, одним из основных научных направлений кафедры общей физики и дидактики физики Государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Донецкий национальный университет» является изучение фазовых переходов в широком круге неоднородных состояний разной природы в различных классах твердых тел. Все это согласуется с темой исследований «Эволюция структуры и свойств сплавов на основе алюминия и железа в аморфном и нанокompозитном состояниях в процессе нагрева».

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований получен целый ряд новых научно обоснованных фундаментальных и прикладных результатов, важных для развития физики конденсированного состояния. В частности:

1. Для группы металлических стекол на основе Al установлена эмпирическая корреляция между температурой нагрева, при которой структурные изменения приводят к потере пластичности, и отношением средневзвешенных значений модуля сдвига к объемному модулю упругости, рассчитанных по номинальному составу аморфных сплавов.

2. Экспериментально установлено, что потеря пластичности металлических

стеклол на основе Al, обусловлена снижением концентрации свободного объема в аморфной фазе.

3. Показано, что при температурах начала кристаллизации металлических стеклол значения эффективных коэффициентов диффузии, контролирующей зарождение и рост кристаллол, лежат в диапазоне $10^{-18} - 10^{-20}$ м²/с и зависят от механизма роста кристаллол и вклада процесса зарождения.

4. Получены соотношения, связывающие пороговые значения эффективных коэффициентов диффузии и объемную плотность кристаллол при температурах начала кристаллизации металлических стеклол, кристаллизующихся по различным механизмам, и установлено определяющее влияние эффективных коэффициентов диффузии на термическую устойчивость стеклол и их структурные параметры на начальных стадиях кристаллизации.

5. Показано, что температурные диапазоны существования наноконпозитных структур в металлических стеклах на основе Al и энергии активации их распада коррелируют друг с другом и существенно выше в сплавах, в которых вторые стадии кристаллизации являются завершающими и включают в себя процессы зарождения.

Практическая ценность научных работ соискателя ученой степени заключается в том, что результаты, полученные в диссертации, применимы к широкому кругу аморфных металлических сплавов и могут быть использованы для разработки новых как аморфных, так и наноконпозитных материалов с повышенными уровнями физических свойств и термической устойчивости при различных режимах термического воздействия. Это позволит расширить область практического применения сплавов на основе Al с аморфной и наноконпозитной структурой в качестве конструкционных материалов, пригодных для изготовления деталей, способных сохранять высокий уровень прочности при повышенных температурах, или для использования в качестве упрочняющих конпонентов в конпозитных материалах с пластичной матрицей.

Достоверность полученных в работе научных результатов и выводов

обеспечивается корректным использованием различных взаимодополняющих современных методов исследования, адекватным поставленным задачам, применением соответствующих компьютерных программ обработки экспериментальных данных и подтверждается физически разумными значениями оцененных параметров моделей, а также согласием экспериментальных и расчетных данных между собой (в том числе, получением сплавов с рассчитанными теоретически значениями физических свойств) и с данными, полученными другими авторами.

Личный вклад соискателя. Исследования, результаты которых представлены в диссертации, выполнены, в основном, в отделе электронных свойств металлов ДонФТИ им. А.А. Галкина в сотрудничестве с научным руководителем и другими соавторами публикаций. Электронномикроскопические исследования проведены в Институте физики твердого тела РАН в рамках договора о содружестве между ДонФТИ и ИФТТ. Часть рентгенографических исследований выполнена соискателем в Луганском национальном университете им. Т.Г. Шевченко. Все экспериментальные исследования кинетики кристаллизации, структуры и свойств аморфных, частично и полностью закристаллизованных сплавов выполнены лично соискателем или при его непосредственном участии. Соискателем выполнена основная часть работ по анализу экспериментальных данных и оценке параметров моделей, она принимала активное участие в постановке задач исследований, обсуждении результатов, формулировке выводов, подготовке и оформлении публикаций. Во всех публикациях по теме диссертации соискатель принимала равноправное участие.

На заседании 19 января 2021 г. диссертационный совет принял решение присудить Свиридовой Е.А. ученую степень кандидата физико-математических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 17 докторов наук по специальности 01.04.07 - физика

конденсированного состояния, участвовавших в заседании, из 19 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за 18, против 0, недействительных бюллетеней 0.

По объему выполненных исследований, весомости новых научных результатов и выводов, которые в совокупности вносят значительный вклад в исследование структуры, свойств и термической устойчивости металлических стекол и нанофазных композитов, диссертация Е.А. Свиридовой соответствует всем требованиям, предусмотренным Положением о присуждении ученых степеней на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук (пункт 2.2 Положения о присуждении учёных степеней, принятого Постановлением Совета Министров ДНР от 27.02.2015 г. № 2-13).

Председатель диссертационного совета

Д 01.015.01, д-р физ.-мат. наук, профессор

В.И. Вальков

Ученый секретарь диссертационного совета

Д 01.015.01, канд. физ.-мат. наук, ст. научн. сотр.

Т.Н. Тарасенко

25 января 2021 г.

Подпись заверяю:
Учёный секретарь
ГУ «Донецкий физико-технический
институт им. А.А. Галкина»
О.В. Прокофьева

