

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по научной работе
Санкт-Петербургского
государственного университета

Микушев Сергей Владимирович



2019 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертацию РЫКЛИНОЙ Елены Прокопьевны «Новый подход к управлению структурно-фазовым состоянием и характеристиками формовосстановления никелида титана», представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Сплав TiNi, обладающий уникальными свойствами памяти формы, изучается уже на протяжении многих лет. Имеющиеся данные показывают, что структура и функциональные свойства сплава сложным образом зависят от большого количества факторов, начиная от условий технологического передела и до конечной обработки поверхности изделия. Такая многофакторная зависимость мартенситных превращений и величины обратимой деформации приводит к тому, что в ряде случаев закономерности, установленные различными авторами, сильно различаются, а нередко и противоречат друг другу. По мнению Е.П. Рыклиной, автора диссертации, источник неоднозначности получаемых закономерностей заключается в том, что в большинстве случаев не принимается во внимание важнейшая роль таких факторов, например, как размер зерна и структурное состояние аустенитной исходной фазы. Подобные факторы и их роль указаны и детально исследованы в диссертационной работе, посвященной разработке новых подходов к управлению функциональными свойствами никелида титана. Тема диссертации Е.П. Рыклиной является **актуальной**, а цель и задачи работы представляют собой важные направления исследования в современном материаловедении сплавов с эффектом памяти формы.

В диссертационной работе Е.П. Рыклиной получены важные научные результаты, среди которых следует особо отметить следующие. Систематически изучена структура

сплава Ti-50,7ат. %Ni, формирующаяся в результате деформации и последеформационного отжига по разным режимам. Показано, что форма и размер частиц фазы Ti_3Ni_4 зависят от размера аустенитного зерна, а сами эти частицы во многом определяют температуры и последовательность мартенситных превращений в сплаве. Важным является не только размер частиц, но и их распределение по зерну. На основе анализа экспериментальных данных предложена схема, иллюстрирующая развитие мартенситных превращений в областях с различной морфологией и плотностью частиц Ti_3Ni_4 . Установлены закономерности изменения последовательности превращений от величины аустенитного зерна и режима отжига. Определены оптимальные режимы отжига, при которых процессы старения реализуются с максимальной интенсивностью.

Большое внимание в работе Е.П. Рыклиной уделено изучению температурно-деформационных схем инициирования эффекта памяти формы в сплаве TiNi. Впервые показано, что существуют условия деформирования изгибом, при которых возможна реализация предельно высоких показателей формовосстановления. Одним из важнейших условий для достижения большой обратимой деформации является деформирование в температурной области, соответствующей началу превращения B2-R с последующим охлаждением до температуры кипения жидкого азота. Величина эффекта памяти формы в сплавах с избытком никеля может достигать 15-17%, что превышает кристаллографический ресурс обратимой деформации решетки в 1,5 раза. При этом величина эффекта обратимой памяти формы составляет рекордные 4-5%. Предполагается, что столь большая обратимая деформация реализуется за счет дополнительного механического двойникования в мартенситном состоянии. В работе установлено, что лучшими свойствами обратимости деформации обладает сплав Ti-50,7ат. %Ni с мелкозернистой рекристаллизованной структурой B2-аустенита с размером зерна 3-5 мкм.

Отдельная глава диссертации посвящена анализу факторов, влияющих на функциональные свойства никелида титана. Как показали исследования, температуры возврата деформации и величина обратимой деформации определяются целым набором факторов, среди которых структурное состояние сплава, условия наведения эффекта памяти формы, величина предварительной деформации и др. Разработаны рекомендации для выбора режимов деформационно-термической обработки сплава TiNi, обеспечивающих получение требуемых функциональных характеристик.

Важную роль в формировании свойств никелида титана играет состояние поверхности. В работе изучено строение оксидного слоя, возникающего при термообработке в воздушной среде и распределении элементов вблизи поверхности. Установлено, что оксидный слой может достигать 28 мкм при больших временах

термического воздействия. При температуре отжига 700 С оксид имеет двухслойную структуру: поверхностная зона обогащена титаном, а внутренняя – никелем. Обнаружено, что оксидный слой влияет на температуры формовосстановления и выявлены закономерности такого влияния.

Особенное впечатление оставляет та часть работы Е.П. Рыклиной, которая посвящена использованию результатов исследований для создания устройств с эффектом памяти формы медицинского и технического назначения. Автор диссертации имеет огромный опыт работы с медиками, использующими в своей деятельности передовые научные достижения. Она известна как автор уникальных разработок, не имеющих мировых аналогов. Это подтверждается наличием 34 авторских свидетельств и патентов.

Научная новизна диссертационного исследования Е.П.Рыклиной состоит в том, что, во-первых, установлено влияние исходной структуры и размера рекристаллизованного зерна В2-аустенита на морфологию, размер и характер распределения частиц фазы Ti_3Ni_4 , выделяющейся в стареющем сплаве Ti-Ni с памятью формы; во-вторых, впервые экспериментально выявлена совокупность факторов, определяющих реализацию аномально высоких характеристик формовосстановления, превышающих кристаллографический ресурс деформации решетки при мартенситном превращении в 1.3–1.6 раза и ранее достигнутый уровень в 2–2.5 раза в заэквивалентных по содержанию никеля сплавах; в-третьих, впервые установлено влияние изотермического отжига сплава Ti-50.7ат. %Ni с рекристаллизованной структурой на калориметрические эффекты мартенситных превращений и функциональные свойства и, наконец, впервые систематически исследована структура оксидного слоя, образующегося в процессе отжига на поверхности сплавов Ti-Ni, в зависимости от режимов термообработки и установлено влияние оксидного слоя на характеристические температуры мартенситных превращений.

Фундаментально-научное значение диссертации заключается в том, что в ней установлены закономерности влияния исходной структуры сплава TiNi на микроструктуру, формирующуюся при старении, калориметрические эффекты мартенситных превращений и эффекты памяти формы. Эти закономерности положены в основу нового подхода к прецизионному управлению комплексом основных функциональных свойств никелида титана. Проанализированы и выявлены факторы, влияющие на характеристики формовосстановления, которые должны быть учтены при проведении исследований.

Практическая значимость диссертации обусловлена тем, что в результате исследований разработаны конструкции медицинского назначения нового поколения для сердечно-сосудистой, эндоскопической и абдоминальной хирургии. Кроме того, результаты работы использованы в Промышленном центре «МАТЭК-СПФ» при совершенствовании технологического процесса получения проволоки никелида титана с повышенными функциональными характеристиками.

Достоверность результатов обеспечена комплексным подходом к решению поставленных задач, основанным на применении современных взаимодополняющих методов исследований, использовании современного оборудования, воспроизводимостью результатов и статистической обработкой экспериментальных данных.

По содержанию диссертации следует сделать следующие замечания:

1. В работе исследованы сплавы Ti-50,7%Ni, Ti-50,2%Ni и Ti-50%Ni. Их свойства отличаются друг от друга. В связи с этим возникает вопрос об общности результатов исследований. В какой степени их можно распространить на другие составы никелида титана с содержанием никеля от 50 ат.% до 51 ат. %?
Кроме того, в диссертации необходимо было бы обсудить общность всех полученных результатов, чтобы понять насколько результаты могут быть применены по отношению, например, к сплавам после холодной деформации до разных степеней или по отношению к другим режимам нагружения (растяжение, кручение, сжатие).
2. При анализе схем деформирования 1-8 изменения деформаций объясняются с использованием представлений о напряжениях, которые достигаются при одной и той же деформации в разных сплавах. Однако диаграммы деформирования «напряжение-деформация» отсутствуют, и рассуждения о напряжениях носят достаточно абстрактный характер.
3. На стр. 109 введен коэффициент эффективности ОЭПФ, определяемый как отношение величины эффекта обратимой памяти формы к величине деформации, восстанавливаемой при нагревании. Большая величина коэффициента может быть достигнута как за счет роста величины обратимой памяти формы, так и за счет уменьшения величины однократной памяти формы, при стремлении которой к нулю коэффициент будет стремиться к бесконечности. Физический смысл этого коэффициента не ясен и требует пояснений.

4. При описании экспериментов в ряде случаев говорится об «охлаждении под напряжением», хотя по смыслу охлаждение после нагружения производится при постоянной деформации.
5. При обсуждении размерного эффекта анализируется метод навивания на оправку с одновременным приложением растягивающих и изгибающих усилий. Можно полагать, что наблюдаемые размерные эффекты связаны не столько с размером, сколько с деформационно-силовыми условиями навивки на оправку.
6. Ряд используемых автором терминов представляются неудачными, и их употребление затрудняет понимание текста. Это относится, например, к терминам: «запаздывание перехода», «метастабильный В-2 аустенит», «размножение мартенситных превращений», «запрещенная деформация», «кажущийся большой гистерезис».

Сделанные замечания не носят принципиального характера, не снижают оценку полученных результатов и не влияют на высокую оценку работы в целом.

Результаты диссертационной работы апробированы на многих отечественных и зарубежных научных симпозиумах. Основные результаты опубликованы в 94 печатных трудах, 33 из которых входят в список изданий, рекомендованных ВАК и входящих в базы данных WOS и Scopus. Кроме того, автор имеет 34 авторских свидетельства и патента.

Автореферат диссертации достаточно полно отражает содержание диссертации.

Таким образом, диссертационная работа Е.П. Рыклиной является законченной научно-исследовательской работой, выполненной на высоком научном уровне и имеющей большое значение для материаловедения сплавов с мартенситными фазовыми превращениями, обладающими эффектом памяти формы. По объему выполненных исследований и их научному уровню диссертация Е.П. Рыклиной удовлетворяет требованиям ВАК (п.9-14 раздела II «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г.), предъявляемым к докторским диссертациям. Е.П. Рыклина является высококвалифицированным научным работником и заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Сообщение по диссертации заслушано и обсуждено на заседании кафедры теории упругости математико-механического факультета федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет», протокол 79.08/23-04-9 от 07 ноября 2019 года.

Профессор с возложенными обязанностями заведующего
кафедрой теории упругости, академик РАН,
доктор физ.-мат. наук, профессор

 Морозов Н.Ф.

Ведущий научный сотрудник кафедры теории упругости,
доктор физ.-мат. наук

 Беляев С.П.

Сведения о ведущей организации

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»

Почтовый адрес: 199034 Россия, Санкт-Петербург, Университетская наб. д. 7/9

Тел.: +7(812)328-20-00, адрес электронной почты spb@spbu.ru

Веб-сайт: <https://spbu.ru>

