

## ОТЗЫВ

члена диссертационного совета Волкова Александра Евгеньевича на диссертацию Сибирева Алексея Владимировича на тему «Оптимизация температурных условий термоциклирования для стабилизации деформационно-силовых характеристик сплава NiTi с памятью формы», представленную на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по научной специальности 1.1.8. Механика деформируемого твердого тела.

В настоящее время задача разработки термоприводов, основанных на использовании сплавов с памятью формы (СПФ) и обладающих максимально возможными обратимой деформацией и производством работы при высокой стабильности этих характеристик является **актуальной** и имеет большое **практическое значение**. Исследованию именно в этом направлении и посвящена данная диссертация. Несмотря на огромное количество работ, посвященных исследованию функционально-механических свойств СПФ на основе никелида титана, многие особенности протекающих в нем мартенситных превращений остаются неизученными в достаточной мере. К таким особенностям относятся зависимости характеристических температур мартенситных превращений от дефектной структуры сплава, развивающейся на разных стадиях превращения в отсутствие или в присутствии механических напряжений. Исследование этих зависимостей, выполненное в данной диссертации, обуславливает ее **фундаментально-научное значение**.

**Достоверность** результатов обеспечивается тщательностью подготовки и выполнения экспериментов, использованием современных средств механических испытаний (испытательных машин с термокамерой и видеоэкстензометром, оснащенных средствами для одновременного измерения электросопротивления) и средств исследования структуры (оптических микроскопов, просвечивающих и сканирующих электронных микроскопов), всесторонним анализом полученных экспериментальных данных, согласием полученных результатов с известными из литературы данными и научными представлениями.

**Апробация.** Результаты, представленные в диссертации, доложены и обсуждены на семинарах кафедры Теории упругости им. Н.Ф.Морозова Санкт-Петербургского государственного университета. Они были представлены на ряде российских и международных конференций, в частности, на Международных конференциях «Актуальные проблемы прочности» (2017, 2018, 2022), международных конференциях «Сплавы с памятью формы» (2016, 2018, 2021, 2023), Петербургских чтениях по проблемам прочности (2016, 2024), научно-технических семинарах «Бернштейновские чтения» (2019, 2022), европейских конференциях по мартенситным превращениям ESOMAT (2012, 2015, 2018, 2022), международной конференции по мартенситным превращениям ISOMAT (2014). Они опубликованы в ведущих российских и зарубежных научных журналах, входящих в базы РИНЦ, SCOPUS и WoS.

Среди наиболее важных достижений диссертации следует отметить следующие.

Посредством наблюдений роста кристаллов мартенсита показано, что если в сплаве сформирована стабильная дислокационная структура, то последовательность исчезновения кристаллов мартенсита при нагревании обратна последовательности их появления при охлаждении и имеет место микроструктурная память. Стабильная

дислокационная структура, сформированная при деформировании, обеспечивает стабильность внутренних напряжений и характеристических температур превращения. Таким образом, показано, что перераспределение дефектов при термоциклировании является важной причиной изменения температур переходов.

Показано, что при охлаждении под напряжением по сравнению с охлаждением в свободном состоянии возрастает плотность дефектов, которые приводят к росту величины электросопротивления.

Изменение характеристических температур превращения уменьшается при уменьшении доли прямого или обратного превращений, что достигается охлаждением до температур выше температуры прямого превращения и нагреванием до температур ниже температуры обратного превращения. Исследована зависимость температур превращения от числа термоциклов при различных значениях степени превращения. Полученные закономерности объяснены с точки зрения изменения плотности дислокаций, которая увеличивается на поздних стадиях прямого превращения ввиду роста локальных напряжений.

Влияние доли обратного перехода объясняется тем, что окончание обратного превращения повышенной происходит при более высокой температуре, которая и обуславливает снижение плотности дефектов.

Установлены условия для усиления эффекта тренировки, заключающиеся в том, что термоциклирование следует проводить в полном температурном интервале превращений.

Показано, что, если при термоциклировании действует напряжение выше предела переориентации, то изменение температур качественно отличается от того, которое наблюдается при термоциклировании в свободном состоянии. Хотя такое термоциклирование увеличивает обратимую деформацию, для режима эксплуатации не следует выбирать напряжения свыше предела переориентации, поскольку в противном случае функциональные свойства сплава NiTi при термоциклировании сильно меняются, что нежелательно для устройств многократного действия

Установлена роль изотермической выдержки: показано, что выдержка при максимальной температуре в цикле дополнительно увеличивает обратимую деформацию и чем больше длительность выдержки, тем больше прирост обратимой деформации в цикле после выдержки по сравнению с циклом до выдержки.

Поскольку тренировка образцов из СПФ широко применяется при создании приводов, очень важным является вывод о том, что эффект тренировки наблюдается только в том случае, если при термоциклировании реализуется вторая половина температурного интервала прямого перехода. Это может быть связано с тем, что при термоциклировании под напряжением ориентированные поля внутренних напряжений формировались в основном во второй половине температурного интервала прямого перехода.

Важное значение имеет вывод о закономерностях накопления пластической деформации: если величина упрочнения, приобретаемая сплавом во время прямого перехода,

становится равной величине разупрочнения, происходящего во время обратного перехода, то скорость накопления пластической деформации становится постоянной.

Особенно интересным представляется исследование функционального поведения элемента из СПФ никелид титана в режиме работы привода с неполным прямым и, одновременно, с неполным обратным превращением. В результате был найден режим нагрева и охлаждения рабочего элемента, оптимальный с точки зрения стабильности функциональных свойств.

Диссертация, несмотря на сложный характер выполненных исследований написана ясным языком, графики, таблицы и схемы опытов понятны и достаточно полно отражают порядок экспериментов и полученные результаты.

#### **Замечания.**

1. Нет увязки использованных в диссертации способов измерения доли превращений с измерением непосредственно объемной доли мартенсита.
2. В оглавлении нет упоминания сплава NiFeGa, хотя он исследован в диссертации.
3. Образцы из Ni<sub>50</sub>Ti<sub>50</sub> подвергали "закалке в воду при температуре 700°C (15 мин)". Поскольку гомогенизирующий отжиг часто проводят при 800 - 850°C, стоило бы указать, что происходит при температуре 700°C за 15 мин.
4. С.34. В работе констатируется, что "процессы возврата в металлах являются термоактивируемыми", но отсутствует оценка энергии активации.
5. С.48: Из рис.13 видно, что сопротивление в аустенитной фазе (а значит, и количество дефектов) менялось от 1-го до 5-го циклов и мало менялось от 5-го до 20-го циклов. Следовало бы объяснить, почему от 5-го до 20-го циклов так выросло количество R-фазы.
6. С.40: "Для выяснения природы этих пиков были выполнены термоциклы в диапазоне неполных мартенситных превращений по методике, описанной в [47]". Желательно было бы хотя бы коротко описать эту методику.
7. На с. 40, 41 говорится о превращениях B2→B19'<sub>1</sub>, B2→B19'<sub>2</sub>, B2→B19'<sub>3</sub>, однако ничего не сказано о том, чем различаются эти фазы.
8. С.41: "Оставшийся не превращенный аустенит переходит в B19' фазу при разных температурах (пики В и С)". Ничего не сказано, почему превращение идет при разных температурах и одинакова ли получающаяся фаза.
9. С. 43: "Поскольку пики А и D обусловлены превращением в объёмах с высокими внутренними напряжениями ...". Данное утверждение никак не обосновывается в тексте диссертации.
10. С.50: "Видно, что зависимости температур превращения от удельного сопротивления не являются линейными". Однако, из рис.15 видно, что эти зависимости почти линейны.

11. На с. 80 указано, что при выдержке происходят процессы возврата, в результате которых меняется распределение дислокаций и их плотность что влияет на параметры мартенситных переходов и на обратимую деформацию в цикле. При этом утверждается, что этот вопрос ранее не был исследован. Вместе с тем изменение обратимой деформации в цикле после длительной выдержки (5 лет и более) рассматривался в работе Ф.С.Беляева и др. "Aging Effect on the One-Way and Two-Way Shape Memory in TiNi-Based Alloys", опубликованной 2018 году.
12. На с. 85 утверждается, что "сложным оказывается практическая реализация симметричной схемы, так как требует от механизма постоянной смены направления действующей нагрузки". Однако, для роторного мартенситного двигателя реализация симметричной схемы достигается достаточно просто путем организации двух секторов нагрева и двух секторов охлаждения вместо одного сектора нагрева и одного сектора охлаждения.
13. На с. 91 говорится: "Таким образом, в процессе термоциклирования параметры мартенситных превращений в монокристаллах сплава [001] Ni<sub>55</sub>Fe<sub>18</sub>Ga<sub>27</sub> являются стабильными по сравнению со сплавами NiTi". Сравнение не совсем показательное, поскольку сравниваются монокристаллы с поликристаллами.
14. С.130. Напряжение в образце при кручении рассчитывается в приближении идеальной пластичности. Данный подход никак не аргументируется.
15. С.138. "Как правило, зависимость реактивных напряжений от  $\gamma^{SM}$  получают соединяя прямой две крайние точки (изменение деформации при нагреве без напряжения и генерацию напряжения при нагреве при бесконечной жесткости) [12,15]. Результаты данного исследования показывают, что зависимость  $\tau'(\gamma^{SM})$  нелинейная, как для первого, так и для десятого термоцикла (Рисунок 62 а)". Неясно, о какой прямой идет речь и как ее построить на рис.62а. На этом рисунке она не показана.
16. С.140. Более наглядно было бы показывать на рис.63 и аналогичных рисунках величину необратимой деформации, накапливаемой за  $n$ -й цикл, а не суммарную необратимую деформацию.
17. При исследовании поведения элемента из СПФ в режиме работы привода с неполным прямым или обратным превращением в процессе нагрева не проводилась догрузка образцов, обеспечивающая производство полезной работы.
18. Имеется довольно много опечаток и неточных формулировок. Некоторые из них следующие.
  - а С.73. Допущена неточная формулировка: "во время охлаждения под напряжением у кристаллов мартенсита появляется приоритетное направление роста, поэтому возможность к упругой аккомодации внутренних напряжений снижается, а, следовательно, возрастает и плотность дефектов". Снижается не возможность к упругой аккомодации внутренних напряжений, а снижается возможность самоаккомодации мартенсита.

- б С.27 "Преобразование из В2 в В19' сопровождается большой несовместностью деформации решёток" - неудачная формулировка, так как речь идет о большой величине деформации, осуществляющей преобразование решетки, а не о большой несовместности этой деформации.
- в С.90. В подписи к рис.36 говорится об образце, продеформированном до 150 МПа. Очевидно, что это опечатка.
- г Несогласованная фраза на с.37: "важным является не длительность выдержки, а исходная плотность дефектов, возникших за предшествующей выдержке термоциклы".
- д На с.108 употреблен неверный термин "внешние напряжения".
- е С.169. "Чтобы исключить риск анизотропии температурного поля по сечению образца при индукционном нагреве, частота тока была подобрана так, чтобы реализовать режим объёмного (глубинного) нагрева". Правильнее было бы говорить не об анизотропии, а о неоднородности.
- ж С.108. "внутренние напряжения могут частично аккомодироваться упруго". Никакие напряжения не могут аккомодироваться упруго (за счет упругой деформации). Напряжения создают упругую деформацию.

Сделанные замечания не затрагивают результатов диссертации по существу, но либо носят характер пожеланий, либо касаются отдельных неточностей. Они не изменяют общего положительного заключения по диссертации.

Диссертация А.В. Сибирева является законченной научно-исследовательской работой, имеющей большое значение для развития материаловедения сплавов с памятью формы и для разработки практического применения этих сплавов в термически активируемых датчиках и приводах.

Диссертация Сибирева Алексея Владимировича на тему: «Оптимизация температурных условий термоциклирования для стабилизации деформационно-силовых характеристик сплава NiTi с памятью формы» соответствует основным требованиям, установленным Приказом от 19.11.2021 № 11181/1 «О порядке присуждения ученых степеней в Санкт-Петербургском государственном университете», соискатель Сибирев Алексей Владимирович заслуживает присуждения ученой степени доктора физико-математических наук по научной специальности 1.1.8. Механика деформируемого твердого тела. Нарушения пунктов 9 и 11 указанного Порядка в диссертации не обнаружены.

Член диссертационного совета

доктор физ.-мат. наук, без звания  
профессор кафедры теории упругости им.Н.Ф.Морозова  
Санкт-Петербургского государственного университета



Волков А.Е.

Дата 20.11.2024