

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д.002.060.04 НА БАЗЕ  
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института  
металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии  
наук ПО ДИССЕРТАЦИИ

ДЕДЯЕВОЙ ЕЛЕНЕ ВАЛЕРЬЕВНЕ НА СОИСКАНИЕ УЧЁНОЙ  
СТЕПЕНИ КАНДИДАТА ХИМИЧЕСКИХ НАУК

аттестационное дело № \_\_\_\_\_

решение диссертационного совета от 01.03.2018 протокол № 2-2018

О присуждении ДЕДЯЕВОЙ ЕЛЕНЕ ВАЛЕРЬЕВНЕ, гражданство РФ,  
учёной степени кандидата химических наук.

Диссертация **«Фазовые превращения в бинарной системе Al-Si при  
высоких давлениях и температурах»** в виде рукописи по специальности  
02.00.01 - «Неорганическая химия» принята к защите 21 декабря 2018 г.,  
протокол № 7-2017 диссертационным советом Д.002.060.04 на базе  
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института  
металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии  
наук по адресу: 119334, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49, созданным  
приказом Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель, Дедяева Елена Валерьевна, 1990 года рождения, в 2013  
году окончила Национальный исследовательский технологический  
университет «МИСиС». С августа 2013 года по август 2017 года обучалась в  
очной аспирантуре Федерального государственного бюджетного учреждения  
науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН  
(ИМЕТ РАН). С 2013 года по настоящее время является и.о. младшего  
научного сотрудника лаборатории № 30 Физикохимии баротермических  
процессов Федерального государственного бюджетного учреждения науки  
Института металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН.

**Диссертация выполнена** в лаборатории № 30 Физикохимии  
баротермических процессов Федерального государственного бюджетного  
учреждения науки Института металлургии и материаловедения им.  
А.А.Байкова РАН.

**Научный руководитель** – доктор химических наук **Падалко Анатолий Георгиевич**, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией № 30 Физикохимии баротермических процессов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН.

**Официальные оппоненты:**

**Разумовский Игорь Михайлович**, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник ОАО «Композит»,

**Портной Валерий Кимович**, кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник химического факультета Московского Государственного Университета им. М.В.Ломоносова

дали положительные отзывы о диссертации.

**Ведущая организация** Федеральное государственное бюджетное учреждение науки **Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г.Девярых** Российской академии наук, г. Нижний Новгород

в своём положительном заключении о диссертации, составленном и подписанном **Кутыным Александром Михайловичем**, доктором химических наук, ведущим научным сотрудником лаборатории теории высокочистого состояния и разделения смеси веществ и утверждённом **Булановым Андреем Дмитриевичем**, доктором химических наук, временно исполняющим обязанности директора Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института химии высокочистых веществ им. Г.Г.Девярых Российской академии наук **указала**, что по актуальности, научной новизне работы, практической значимости полученных результатов и качеству оформления диссертационная работа Е.В. Дедяевой удовлетворяет требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а автор, Дедяева Елена Валерьевна, заслуживает присуждения учёной степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 - «Неорганическая химия».

Ведущая организация в своём положительном заключении делает соискателю следующие замечания:

1. Автором диссертации не уделено достаточного внимания использованию полученных результатов, в том числе применению метода ГИП для аддитивных технологий и получению изделий из сплавов системы Al-Si.

2. При исследовании микроструктуры сплавов и построении гистограмм распределения пористости по размерам желательным было представить несколько исходных фотографий микроструктур.

3. Из текста диссертации явно не следует, что оптимальным для получения сплавов исследованной системы является давление 100 МПа.

Ведущая организация отмечает, что отмеченные недостатки не снижают научную ценность диссертационной работы, так как не затрагивают выносимые на защиту основные положения и не снижают общую положительную оценку работы.

Соискателем Дедаевой Е.В. опубликованы **8 работ в журналах из списка ВАК** и международных журналах и 7 тезисов докладов на российских и международных конференциях. Опубликованные работы в достаточной степени отражают содержание диссертации.

#### **Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:**

1. А.Г. Падалко, **Е.В. Дедаева**, Т.К. Акопян, Г.В. Таланова, Л.И. Шворнева, Г.И. Зубарев, В.Т. Федотов, А.Н. Сучков. Фазовые превращения в бинарном сплаве 10 ат.%Si-90 ат.%Al при высоких давлениях и температурах. Металлы, № 3 (2014) 15-22

Соискателем выбраны объекты исследований (двойные силумины системы Al-Si), сформулированы цели и задачи исследования. Проведен эксперимент по дифференциальному баротермическому анализу сплава с 10 % Si и произведена расшифровка полученных баротермограмм.

2. А.Г. Падалко, **Е.В. Дедаева**, Т.К. Акопян, Г.В. Таланова, Л.И. Шворнева, Г.И. Зубарев, В.Т. Федотов, А.Н. Сучков. Влияние давления на фазовые превращения и структуру сплава Al с 12 ат. % Si. Неорганические материалы, т. 50, № 7 (2014) 719–725

Соискателем проведен дифференциальный баротермический анализ сплава с 12 % Si и произведена расшифровка полученных баротермограмм. Подготовлены образцы и проведены металлографические исследования методом световой и электронной

сканирующей микроскопии; получена количественная информация о структурных составляющих сплавов.

3. **Е.В. Дедяева**, А.Г. Падалко, Т.К. Акопян, Г.В. Таланова, Л.И. Шворнева, Г.И. Зубарев, В.Т. Федотов, А.Н. Сучков. Баротермография фазовых превращений и структура заэвтектического сплава Al-16ат.% Si. Цветные металлы, №7 (2014) 76-80

Соискателем реализован эксперимент по дифференциальному баротермическому анализу и расшифровке полученных баротермограмм сплава Al-16Si; проведены металлографические исследования; описаны особенности заэвтектических баротермограмм.

4. **Е. В. Дедяева**, Т. К. Акопян, А. Г. Падалко, Г. В. Таланова, Г. И. Зубарев, А.Д. Изотов, А. Н. Сучков, В. Т. Федотов, Л. И. Шворнева. Фазовые переходы при высоком давлении и структура заэвтектического сплава Al–20 ат. % Si. Неорганические материалы, т. 52, № 10 (2016) 1148-1155

Соискателем произведен дифференциальный баротермический анализ заэвтектического сплава Al-20Si; исследована микроструктура образцов до и после ДБА; произведена обработка цифровых изображений микроструктуры для получения количественной информации о структурных составляющих сплавов.

5. **Е. В. Дедяева**, П. Н. Никифоров, А. Г. Падалко, Г. В. Таланова, Л. И. Шворнева. Влияние баротермического воздействия на микроструктуру и свойства доэвтектического двойного сплава Al–10 ат. % Si. Неорганические материалы, т.52, № 7 (2016) 778-786

Соискателем установлены параметры баротермической обработки образца с 10% Si, подготовлен и реализован эксперимент по БТО; проведены металлографические исследования методами световой и электронной сканирующей микроскопии; произведена подготовка образцов для исследования коэффициентов термического расширения с интерпретацией полученных в ходе исследований результатов.

6. **Е.В. Дедяева**, П.Н. Никифоров, А.Г. Падалко, Г.В.Таланова, Л.И.Шворнева. Формирование микроструктуры при баротермическом воздействии и свойства эвтектического сплава 12Si-Al. Металлы, № 5 (2016) 89-97

Соискателем подготовлен и реализован эксперимент по баротермической обработке сплава Al-12Si; проведены металлографические исследования образцов до и после обработки; произведена подготовка образцов для исследования коэффициентов

термического расширения и механических свойств с интерпретацией полученных в ходе исследований результатов.

7. **Е.В.Дедаева**, Д.В.Зайцев, Е.А.Лукина, П.Н.Никифоров, А.Г.Падалко, Г.В.Таланова, К.А.Солнцев. Влияние баротермического воздействия на твердофазное формирование структуры и свойства заэвтектического сплава 16 ат.%Si-Al. Неорганические материалы. т. 54 № 2 (2018) 138-145

Соискателем проведена баротермическая обработка заэвтектического сплава Al-16Si; исследована и проанализирована микроструктура сплава после БТО, в том числе, при помощи метода просвечивающей электронной микроскопии.

8. **E.V.Dedyayeva**, T.K.Akopian, A.G.Padalko, A.N.Suchkov, V.T.Fedotov. Barothermography and microstructure of the hypoeutectic and eutectic alloys in Al-Si system. J.Therm. Analysis and Calorim.,121(1) (2015) 485-490

Соискателем подготовлен и реализован эксперимент по баротермической обработке сплавов с 10 и 12% Si; проведены металлографические исследования образцов до и после обработки.

На диссертацию и автореферат поступило **6 отзывов**. Все отзывы положительные, однако, имеются замечания и рекомендации.

1. Отзыв заместителя генерального директора, ученого секретаря ОАО «Всероссийского института легких сплавов», доктора технических наук, профессора **Гарибова Генриха Саркисовича** и ведущего научного сотрудника ОАО «ВИЛС», кандидата технических наук **Зениной Марины Валерьевны** содержит следующие замечания:

- В научной новизне обозначено, что в работе исследовались фазовые превращения, которые происходят в алюминиево-кремниевых сплавах при баротермической обработке в достаточно широком диапазоне давлений – до 200 МПа, однако в автореферате представлены данные исследований в диапазоне давлений только до 100 МПа;

- В выводе №10 констатируется, что в баротермически обработанных двойных сплавах Al-Si предел прочности доэвтектического 8Si-Al и эвтектического 12Si-Al сплавов находятся в диапазоне 135-142 МПа, а относительное удлинение достигает 29-34 %, что сравнимо с пластичностью чистого алюминия. Вместе с тем, ничего не говорится о значениях

временного сопротивления и относительного удлинения исследованных в работе заэвтектических 16Si-Al и высококремнистых 20Si-Al сплавов.

2. Отзыв профессора кафедры «Материаловедение» ФГБОУ ВО «Московского государственного технического университета имени Н.Э. Баумана (национального исследовательского университета)», доктора технических наук **Кургановой Юлии Анатольевны** содержит следующие замечания:

- Не совсем понятно, что имеет соискатель в виду при формулировании задачи: «определение коррелятивных связей микроструктуры ... с некоторыми механическими свойствами» стр. 4 автореферата, а следовательно, как решение поставленной задачи реализовано в ходе работы;

- Описание механических свойств, представленное на стр. 18 автореферата традиционно представляется табличными данными, что позволяет наглядно продемонстрировать результаты исследований;

- В тексте автореферата отсутствует описание методики оценки микропористости, тем не менее, один из основных выводов работы опирается на данные исследования: 7. «В результате проведения БТО высокая для всех сплавов исходная микропористость удаляется по механизму пластической деформации и диффузионного массопереноса, и формируются полностью плотные материалы».

3. Отзыв ведущего научного сотрудника ФГБУН Института общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, доктора химических наук **Гуськова Владимира Николаевича** содержит следующее замечание:

- Автору не удалось избежать тяжеловесности выводов, а также некоторой некорректности, например, первой фразы при описании актуальности: «..двойные равновесные диаграммы состояния» - диаграммы состояния по определению являются равновесными.

4. Отзыв главного научного сотрудника лаборатории полупроводниковых и диэлектрических материалов ФГБУН Института общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова РАН, доктора химических наук, профессора **Маренкина Сергея Федоровича** содержит следующее замечание:

- Одним из самых интересных результатов представляется объяснение понижения температуры ликвидуса и, соответственно, эвтектики за счет увеличения растворимости кремния в алюминии, при воздействии высокого давления. Этот результат был бы более убедительным, если бы автор привел данные СЭМ по химическому составу доэвтектических включений алюминия.

5. Отзыв главного научного сотрудника кафедры обработки металлов давлением ФГАОУ ВО «Национального исследовательского технологического университета «МИСиС», доктора технических наук, профессора **Белова Николая Александровича** содержит следующие замечания:

- Вывод диссертанта о повышении до 10 ат.% растворимости кремния в алюминиевой матрице вызывает сомнение, поскольку он базируется на косвенных данных и противоречит имеющимся многочисленным экспериментальным данным по сплавам системы Al-Si. Прямое доказательство могло бы быть получено закалкой с температуры ГИП-обработки;

- Микроструктуры сплавов, которые кристаллизовались под давлением (рис. 4), следовало бы сравнивать с микроструктурами сплавов, полученными в обычных условиях, но при аналогичной скорости охлаждения. Это позволило бы более корректно оценить влияние давления;

- Последние 3 пункта научной новизны носят слишком общий характер и представляются лишними.

6. Отзыв заместителя начальника лаборатории металлофизических исследований ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, кандидата технических наук **Алексеевой Марии Сергеевны** содержит следующие замечания:

- В первой главе автореферата по результатам аналитического обзора сформулирован подход к решению поставленных задач, однако в выводах он не нашел своего отражения;

- В 1 выводе автореферата, автор констатирует факт проведения комплекса физико-химических исследований на сплавах системы Al-Si с использованием в качестве основной методики дифференциальный

баротермический анализ. Данная констатация не относится к научным выводам;

- В автореферате отсутствуют сведения о точности выполненных измерений (в автореферате не представлены данные, касающиеся дисперсии, доверительной вероятности, доверительного интервала и других статистических характеристик, определявшихся экспериментально величин).

**Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается следующим.** Круг научных интересов официального оппонента, доктора физико-математических наук **Разумовского Игоря Михайловича**, связан с изучением структуры и свойств жаропрочных металлических материалов, формируемых с применением высоких изостатических давлений и температур. Официальный оппонент, кандидат химических наук **Портной Валерий Кимович**, является известным специалистом в области механохимии неорганических материалов, связанной с изучением химических и фазовых превращений, стимулированных высокими динамическими давлениями. В ведущей организации, **Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте химии высокочистых веществ им. Г.Г.Девярых Российской академии наук**, проводятся фундаментальные и прикладные исследования в области создания высокочистых неорганических материалов с применением высоких давлений и температур. Высокая научная квалификация и авторитет официальных оппонентов и ведущей организации позволяет им объективно оценить научную и практическую значимость представленной в диссертационный совет работы.

**В дискуссии приняли участие:** д.т.н. **Панов В.С.**, профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ МИСиС; д.х.н. **Киселева Н.Н.**, заведующая лабораторией полупроводниковых материалов ИМЕТ РАН; д.х.н. **Казин П.Е.**, доцент кафедры неорганической химии Химического факультета МГУ им М.В. Ломоносова; д.ф.-м.н. **Белоусов В.В.**, заведующий лабораторией функциональной керамики ИМЕТ РАН; д.х.н. **Беляков А.В.**, декан факультета химической технологии силикатов Российского химико-технологического университета им.

Д.И. Менделеева; **д.х.н. Каргин Ю.Ф.**, заведующий лабораторией физико-химического анализа керамических материалов ИМЕТ РАН; **д.т.н. Белов Н.А.**, главный научный сотрудник кафедры обработки металлов давлением НИТУ МИСиС.

**Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований**

**Проведен** комплекс физико-химических исследований фазовых превращений в двойных сплавах алюминий-кремний с содержанием кремния 10, 12, 16 и 20 ат.% с использованием в качестве основной методики дифференциального баротермического анализа в диапазоне температур до 790°C при давлении сжатого аргона ~ 100 МПа;

**установлено** повышение температуры солидуса сплавов до 3-5°C при нагреве, и понижение на 3-5°C при охлаждении. Температура ликвидуса незначительно понижается для сплавов с 10, 12 и 16 ат.% Si, и практически совпадает с каноническими данными для сплава с 20 ат.% Si;

**показано** наличие твердофазных превращений при ~ 550°C во всех исследованных сплавах, связанных с термодинамически обусловленным высоким давлением процессом растворения кремния в кристаллической решетке алюминия с уменьшением при высоких температурах ее постоянной;

в микроструктуре сплавов после дифференциального баротермического анализа **установлено** наличие субмикронных частиц кремния, образующихся в результате твердофазного распада твердого раствора на основе алюминия с термодинамически обусловленной повышенной концентрацией кремния;

**показано**, что микротвердость по Виккерсу алюминиевой матрицы в сплавах 10Si-Al, 12Si-Al и 20Si-Al после плавления и кристаллизации при давлении 100 МПа находится в хорошем соответствии со значениями микротвердости высокочистого алюминия;

на основании результатов дифференциального баротермического анализа **определены** параметры баротермической обработки: давление 100 МПа, температура изобарно-изотермической экспозиции 560°C, продолжительность обработки 3 часа;

**проведены** баротермическая обработка двойных сплавов системы Al-Si при 100 МПа/560<sup>0</sup>С/3 ч и комплекс физико-химических исследований по исследованию микроструктуры и свойств баротермически обработанных сплавов;

**показано**, что в результате проведения баротермической обработки высокая для всех сплавов исходная микропористость удаляется по механизму пластической деформации и диффузионного массопереноса, и формируются полностью плотные материалы;

**установлено**, что баротермическая обработка при давлении 100 МПа и температуре 560<sup>0</sup>С приводит к повышению растворимости кремния до 10 ат.% Si;

в исследованных сплавах при давлении 100 МПа при распаде пересыщенного твердого раствора кремния в алюминии **показано** формирование микроструктуры с высокой плотностью дислокаций с образованием комплексов «наночастица кремния-краевая дислокация»;

**установлено**, что в баротермически обработанных двойных сплавах Al-Si коэффициент термического расширения составляет ~ 0,9 от значения КТР термически обработанных двойных силуминов, предел прочности доэвтектического и эвтектического сплавов находится на уровне 135-142 МПа, а относительное удлинение достигает 29-34%, что сравнимо с пластичностью чистого алюминия.

**Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:**

**исследованы** фазовые превращения в сплавах системы Al-Si в практически важном диапазоне давлений до 200 МПа;

**определен** барический сдвиг температур солидуса и ликвидуса при фазовых превращениях первого рода плавления и кристаллизации Al-Si сплавов при давлении 100 МПа;

методом дифференциального баротермического анализа **установлены** процессы диссоциации/коагуляции кремниевых кластеров при 100 МПа в высококремнистом силумине 20Si-Al в жидкой фазе при температуре ~ 718<sup>0</sup>С;

**установлена** возможность и особенности протекания твердофазных реакций растворения/выделения частиц кремния при высоком давлении;

в ходе баротермической обработки **установлена** термодинамически обусловленная повышенная до 10 ат.% растворимость кремния в алюминиевой матрице;

**исследована** микроструктура сплавов в системе Al-Si, закристаллизованных при высоком давлении;

**изучено** влияния процессов твердофазной баротермической обработки на микроструктуру исследуемых двойных сплавов;

**определены** коррелятивные связи микроструктуры баротермически обработанных двойных сплавов Al-Si с некоторыми механическими свойствами.

**Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:**

Методом дифференциального баротермического анализа **установлены** значения барического сдвига температур солидуса и ликвидуса при фазовых превращениях первого рода плавления и кристаллизации сплавов системы Al-Si при давлении 100 МПа, которые являются основой при определении параметров баротермической обработки в субсолидусной области двойных и промышленных силуминов;

В работе **показаны** механизмы и условия удаления пористости различного происхождения в сплавах, которые следует учитывать в процессах баротермической технологии полностью плотных беспористых двойных и более сложных сплавов на основе базовой системы алюминий-кремний;

**Установлена** термодинамически обусловленная повышенная до 10 ат.% растворимость кремния в алюминиевой матрице при давлении 100 МПа, которая позволяет формировать микроструктуру сплавов, сочетающую наличие дисперсных полиэдрических микрочастиц и ультрадисперсных наночастиц кремния, что является необходимым условием создания силуминов с повышенными механическими свойствами;

**Показано**, что формируемая в процессе статического баротермического воздействия высокая плотность дислокаций приводит к заметному повышению практически важной пластичности сплавов;

**Установлено**, что при использовании баротермической обработки происходит снижение коэффициента термического расширения (на  $\sim 10\%$ ) в двойных сплавах, что перспективно для формирования изделий с повышенной стабильностью геометрии в температурном интервале 20-100<sup>0</sup>С; В результате баротермической обработки **достигнута** степень пластичности двойных алюмокремниевых сплавов на уровне пластичности чистого алюминия (до  $\delta \sim 34\%$ ), что позволяет использовать такие материалы для изготовления изделий с использованием деформационных технологий.

**Оценка достоверности результатов исследования выявила:** экспериментальные результаты получены на современном российском и зарубежном сертифицированном оборудовании; показана сходимость результатов и воспроизводимость разработанных методик; использован комплекс взаимодополняющих физико-химических методов исследования состава, структуры и свойств синтезированных образцов; достоверность результатов инструментальных методов физико-химического анализа обеспечена использованием современных приборов, отвечающим требованиям ГОСТ, и привлечением высококвалифицированных специалистов;

**теория** согласуется с опубликованными экспериментальными данными по теме диссертации;

**идеи**, заложенные в основе диссертации, базируются на обобщении имеющихся данных и накопленного опыта научного коллектива.

**Личный вклад соискателя состоит** в выборе объектов (двойных силуминов системы Al-Si), формулировании цели и задач проведенных исследований; в реализации экспериментов по дифференциальному баротермическому анализу и расшифровке полученных баротермограмм; в подготовке образцов и проведении металлографических исследований методами световой и электронной сканирующей микроскопией; в получении цифровых изображений и их обработке для получения количественной

информации о структурных составляющих сплавов; в подготовке образцов для исследования коэффициентов термического расширения, и механических свойств с интерпретацией полученных в ходе исследований результатов.

**Диссертационный совет констатирует**, что диссертация Е.В. Дедяевой является законченной научно-исследовательской работой, в которой решена задача определения барического сдвига температур солидуса и ликвидуса в сплавах системы Al-Si при давлении 100 МПа и установлено влияние твердофазных превращений на микроструктуру и свойства после баротермической обработки.

**На заседании 01.03.2018 г. диссертационный совет Д002.060.04 пришел к выводу о том, что** диссертация Е.В. Дедяевой представляет собой научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям п. 9, 10, 11, 13, 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013г. № 842, а ее автор, Дедяева Елена Валерьевна, заслуживает присуждения учёной степени кандидата химических наук по специальности 02.00.01 - «Неорганическая химия».

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **15** человек, из них **8** докторов наук по специальности - 02.00.01, участвовавших в заседании, из 22 человек, входящих в состав совета, проголосовали: **за** присуждение учёной степени **15**, **против** присуждения учёной степени **0**, недействительных бюллетеней **0**.

Председатель  
диссертационного совета Д 002.060.04  
академик РАН, д.х.н.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 002.060.04  
к.г.-м.н.



Подписи академика РАН К.А.Солнцева и к.г.-м.н. С.Н.Ивичевой заверяю,  
Зам. директора ИМЕТ РАН  
чл.-корр.РАН

 А.Г. Колмаков