

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.006.01

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук,  
Федеральное агентство научных организаций России,  
по диссертации на соискание ученой степени кандидата (доктора) наук

аттестационное дело № 20

решение диссертационного совета от 21.04.2016 № 6/16

о присуждении Князеву Максиму Игоревичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка количественных методов исследования фазового состава, текстуры и анизотропии свойств алюминий-литиевых сплавов» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» принята к защите 18 февраля 2016 г., протокол №2/16 диссертационным советом Д 002.006.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, ФАНО России, 119334, г. Москва, Ленинский пр. 49, приказ Минобрнауки РФ №105/нк от 11.04.2012 г.

Соискатель Князев Максим Игоревич 1988 года рождения.

В 2011 г. соискатель окончил Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «МАТИ - Российский государственный технологический университет имени К.Э. Циолковского» по направлению «Материаловедение и технология новых материалов», работает инженером в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), Минобрнауки России.

Диссертация выполнена в лаборатории «Рентгенографии» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), Минобрнауки России.

Научный руководитель доктор технических наук Бецофен Сергей Яковлевич, профессор кафедры «Материаловедения и технологии обработки материалов» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет).

Официальные оппоненты:

1. Перлович Юрий Анатольевич, доктор физико-математических наук, профессор кафедры «Физика прочности» Национального Исследовательского Ядерного Университета (МИФИ);

2. Никитин Сергей Леонидович, доктор технических наук, профессор, директор Федерального государственного унитарного предприятия «Научно-исследовательская часть «МАТИ- Российского государственного технологического института имени К.Э. Циолковского» -

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Открытое акционерное общество «Национальный институт авиационных технологий» г. Москва в своем положительном заключении, подписанном Главным научным сотрудником, доктором технических наук, профессором, Петровым Л.М., Генеральным директором ОАО НИАТ доктором технических наук, профессором Плихуновым В.В., указала, что работа выполнена на высоком методическом и экспериментальном уровне, отвечает требованиям пунктов 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842 и паспорту специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области металловедения и термической обработки металлов и сплавов, квалификацией, способностью определить актуальность, научную и практическую ценность представленной диссертационной работы.

В положительном отзыве ведущей организации имеются следующие замечания:

1. При выводе уравнений для количественной оценки интерметаллидных фаз рассматриваются только две фазы ( $\delta'$ - и  $T_1$  фазы), однако на рис. 4.8- 4.11, приведены рентгенограммы сплава, на которых кроме этих двух фаз присутствует отчетливый рефлекс  $\theta'$ -фазы. На основании этого возникает вопрос: какая роль отводится этой фазе в уравнении количественной оценки интерметаллидных фаз?

2. На рис.5.1 (стр. 126) приведены распределения по сечению плиты значений твердости, которые показывают существенные изменения твердости только после двух последних этапов трехступенчатого старения, при этом вариации твердости по сечению плиты аналогичны для всех трех этапов старения, к сожалению этот эффект не получил объяснения в работе.

3. В диссертации сделан содержательный анализ литературных источников по теме диссертации, однако отсутствуют выводы по этому разделу работы.

4. Работа достаточно аккуратно оформлена, однако присутствуют неточности, как в главе 4 имеется ошибка в нумерации рисунков.

От официального оппонента профессора, д.ф.-м.н. Перловича Ю.А. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. Использованная диссертантом методика количественного определения фазового состава сплавов и рентгеновский метод построения обратных полюсных фигур не являются взаимно независимыми, поскольку параметры кристаллической решетки,

оцениваемые по угловому положению рентгеновских линий, в текстурованном материале характеризуются некоторой анизотропией, что отражается на получаемых величинах фазового состава, и в то же время измеряемые интенсивности рентгеновских линий контролируют вид обратной текстурной полосной фигуры. Поэтому предложенный метод количественного определения фазового состава сплавов для своего обоснования требует анализа допусаемых при этом ошибок.

2. Остается открытым вопрос о происхождении текстуры в интерметаллидных фазах и о возможности их пластической деформации. Казалось бы, совпадение текстур исходной матрицы и образующихся при старении сплава интерметаллидных фаз однозначно свидетельствует о когерентном выделении интерметаллидных частиц, имеющих, по крайней мере, кубическую решетку. Но в явном виде этот вопрос в диссертации не обсуждается.

3. Вопрос о развитии в условиях прокатки при повышенных температурах в приповерхностных слоях плиты из алюминиевого сплава текстуры, типичной для ОЦК металлов, требует более обстоятельного анализа, чем сделанная вскользь ссылка на возможное проникновение сдвиговой деформации вглубь прокатываемого материала. В то же время в другом месте автор допускает, что системы скольжения, действующие в поверхностных слоях плиты, отличаются от действующих в ее внутреннем слое. Но для этого нужно, чтобы вблизи поверхности плиты действовали бы какие-то факторы, блокирующие процессы скольжения: например, измельчающая зерно динамическая рекристаллизация или интерметаллидные предвыделения на подстуживаемой валками поверхности. Так или иначе, в диссертации, которая в значительной мере посвящена текстурным исследованиям, было бы желательно подробнее остановиться на этом вопросе.

4. При описании процедуры обработки прокатанных плит для выделения в них интерметаллидных фаз диссертант неоднократно упоминает об их растяжении - при этом иногда речь идет о «правке растяжением», иногда просто о «растяжке», иногда о растяжении со степенью деформации до 20% с остаточной деформацией 2-3% (?), - но нигде не поясняется, какую роль это растяжение играет при старении сплава. Возможно, эмпирическое наблюдение, касающееся влияния деформации растяжением на выделение интерметаллидов, отражает некую закономерность, для изучения которой данная диссертация могла бы быть оптимальна.

5. К сожалению, в диссертации использован весьма ограниченный набор рентгеновских методов исследования, в то время как имевшееся в распоряжении автора оборудование позволяло без особого труда расширить их число, применив давно разработанные в НИЯУ МИФИ экспрессный метод построения точных обратных текстурных полосных фигур с помощью кривых наклона образца или метод определения размера зерен с заданными ориентациями по флуктуациям интенсивности рентгеновского рассеяния. Применение этих и ряда других методов способствовало бы расширению и совершенствованию базы экспериментальных данных, на которых основывается анализ изучаемых процессов.

6. В текстах диссертации и автореферата имеются грамматические ошибки, свидетельствующие о поспешности их написания.

От официального оппонента профессора, д.т.н. Никитина С.Л. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. Предложенная автором методика количественного фазового анализа основана на условии, что период решетки твердого раствора зависит только от его состава, однако при этом игнорируется возможное влияние на период решетки остаточных макронапряжений, которые формируются при деформационных и термических воздействиях на материал.

2. Приведенные в работе примеры применения предложенных методик относятся к деформированным полуфабрикатам из сплава 1420 (система Al-Mg-Li) и В-1461 (Al-Cu-Li), при этом в работе нет никаких указаний насколько разработанные методики применимы к сплавам этих систем в литом состоянии.

3. Результаты испытаний на растяжение плиты из сплава В-1461 показали, что в среднем сечении прочность на 40-50 МПа выше, чем в подповерхностном слое, однако измерение твердости показало напротив самые низкие величины именно в среднем сечении и это противоречие никак не комментировалось в работе, хотя этот эффект наблюдается после всех режимов старения, что свидетельствует о том, что это закономерность.

4. Во второй главе в качестве материалов, используемых в работе, указывались сплавы В-1461 и 1420, а в приведенных далее исследованиях их значительно больше. Хотелось бы более подробной их характеристики.

5. В третьей главе на стр. 105 автор утверждает, что коррозионная стойкость сплавов Al-Cu-Li ухудшается с повышением содержания меди. С этим трудно не согласиться. Но далее по тексту: «... но она может быть улучшена путем выбора оптимального режима термической обработки». Подтверждения этому в тексте работы я не нашел. Также как и подтверждения, что сплавы Al-Cu-Mg-Li более технологичны, чем сплавы Al-Mg-Li.

На автореферат диссертации Князева М.И. поступило 7 отзывов. Все отзывы положительные.

1. Отзыв главного научного сотрудника ОАО «ВИЛС», д.т.н. Захарова В.В. содержит 3 замечания:

1) Утверждения соискателя о том, что при холодной прокатке сплавов Al-Li «массовая доля интерметаллидных фаз не может уменьшаться, а содержание лития в твердом растворе не может увеличиваться, т.е. фазы только выделяются, но не растворяются» является на наш взгляд ошибочным. В процессе деформации дислокации перерезают упорядоченные частицы  $\delta'$ -фазы и растворяют их. Поэтому кривая на рис.4а объясняется растворением в процессе прокатки частиц  $\delta'$ -фазы и, как следствие, уменьшением концентрации магния в алюминиевом растворе за счет увеличения доли алюминиевой матрицы.

2) Неоднородность свойств плиты толщиной 80 мм из сплава В -1461 «по сечению обусловлена ... исключительно текстурным фактором». На плитах из сплавов Д16, В95 такая же неоднородность свойств по сечению плит, определяемых при растяжении, обусловлено разной степенью рекристаллизации. На значения твердости разная степень рекристаллизации влияния не оказывает. Твердость по сечению этих плит одинаковая, как и плиты сплава В -1461. Не исключено, что неоднородность свойств по сечению плиты из сплава В -1461 также связана с разной степенью рекристаллизации разных слоев плиты.

3) Название работы не полностью отражает ее содержание.

2. Отзыв Профессор кафедры МТ-8 МГТУ им. Н.Э.Баумана, д.т.н. Помельниковой А.С. содержит 2 замечания:

1) Неясно, что обозначает  $t/\Gamma$  - в подписи по оси абсцисс на рис. 10, стр. 18.

2) Не совсем понятно, почему в выводе 8(стр. 22) автор пишет «Дельта-штрих фаза», а в других выводах (2,3, стр.21, 10 (стр.22) - « $\delta'$ - фаза»

3. Отзыв начальника НИО-21, заместителя главного конструктора ПАО «ОКБ Сухого» к.т.н., Филатова А.А. содержит 1 замечание:

1) В работе отсутствуют результаты исследований Al-Li-Mg(Cu) - сплавов методами электронной микроскопии, которые могли бы существенно обогатить ее результаты

4. Отзыв начальника ОЗЛ ФГУП «ВПК «МАПО» им. П.В. Дементьева, к.т.н. Алексеева В.В. содержит 1 замечание:

1) К недостаткам работы можно отнести то, что в автореферате отсутствуют результаты металлографических исследований Al-Li-Mg(Cu) сплавов и исследований методами электронной микроскопии. Это помогло бы лучше оценить весь объем проведенных диссертантом исследований.

5. Отзыв руководителя научно-технического центра Открытого акционерного общества «Каменск-Уральский металлургический завод» (ОАО «КУМЗ»), к.т.н. Осянникова Б.В. содержит 1 замечание:

1) В работе основное внимание уделяется фазовому составу и текстуре после различных операций термической обработки и нет результатов исследования процессов получения прокатки, при этом указывается, что текстура и анизотропия свойств формируется именно при прокатке и в дальнейшем не изменяется.

6. Отзыв начальника отделения ОАО «Ракетно-космическая корпорация «Энергия» имени С.П. Королева», к. т. н. Плотникова А.Д. содержит 1 замечание:

1) Логично больше внимания в работе уделить исследованию формирования текстуры сплава в процессах деформации, а не термической обработки, которая мало влияет на текстуру.

7. Отзыв руководителя лаборатории «Механических свойств, наноструктурных и жаропрочных материалов» ФГАО ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» д. ф.-м. н. Кайбышева Р.О. замечаний не содержит.

Соискатель имеет 36 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 7 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 3, опубликованных в трудах конференций – 3. По теме диссертации имеется 1 патент. Общий объем работ по теме диссертации составляет 3 печатных листа (авторский вклад 60%).

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Бецофен, С.Я. Закономерности влияния состава Al-Li сплавов на количественное соотношение  $\delta'$ (Al<sub>3</sub>Li), S1 (Al<sub>2</sub>MgLi) и T<sub>1</sub> (Al<sub>2</sub>CuLi) фаз/ С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, И.А. Грушин, М.И. Князев, Л.Б. Хохлатова, А.А. Алексеев. // Металлы. 2015. №1. С.59-66.

2. Бецофен, С.Я. Фазовый состав, текстура и анизотропия механических свойств сплавов Al-Cu-Li и Al-Mg-Li (Обзор)/ С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, М.И. Князев // Деформация и разрушение материалов. 2015. №11. С. 10-26.

3. Бецофен, С.Я. Исследование влияния термообработки на фазовый состав, текстуру и механические свойства сплава системы Al-Cu-Li В-1461/ С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, М.И. Князев, М.С. Оглодков// Металлы. 2015. №6. С.77-84.

4. S. Betsofen, I. Grushin, M. Knyazev, and M. Dolgova. Quantitative Methods for the Study of Al—Li Alloys: Phase Composition, Anisotropy of Properties, and Phase Stability//Metallofiz. NoveishieTekhnol. 2015. V.37. No. 11. P. 1001-1017.

5. М.И. Князев. Расчетный метод определения объемных эффектов фазовых превращений в алюминиевых сплавах//Научные труды в 4 томах «XLI Гагаринские чтения» Международная молодежная научная конференция. Том 1. С.43-44. Москва, 2015 г.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

— Разработана методика рентгеновского количественного фазового анализа сплавов системы

Al-Cu-Li на основе измерения параметров решетки твердого раствора.

— Усовершенствована методика текстурного анализа алюминиевых сплавов методом обратных полюсных фигур.

— На основе исследований распределение текстуры, фазового состава и механических свойств по толщине 80 мм плит из сплава В-1461 на различных стадиях термической обработки выявлены закономерности влияния фазовых превращений и текстуры на формирование комплекса механических свойств в Al-Cu-Li сплавах.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- разработана методика расчета количества  $T_1$  и  $\delta'$ - фаз для Al-Cu-Li сплавов на основании измерения параметров решетки  $\alpha$ -твердого раствора и показано, что в сплавах соотношение между  $\delta'$ - фазой и тройными фазами определяется атомными долями лития и меди для Al-Cu-Li сплавов;
- предложен критерий фазовой стабильности сплавов системы Al-Li, основанный на оценке возможных вариаций количества  $\delta'$ - фазы для сплава данного химического состава;
- показано, что основной упрочняющий эффект при старении сплавов системы Al-Cu-Li реализуется за счет увеличения размеров частиц упорядоченной по типу  $L1_2$   $\delta'$ - фазы, а влияние выделения медьсодержащих  $T_1$  - и  $\theta'$  - фаз является второстепенным, в особенности для сплавов с содержанием лития  $>1,5\%$ ;
- на основе количественного определения текстуры и расчетов ориентационных факторов упрочнения показано, что определяющую роль в неоднородности механических свойств по сечению плит из сплава В-1461 оказывает текстурный фактор, в то время как на пониженную прочность высотных образцов помимо текстуры также оказывает влияние слоистый характер микроструктуры плиты.

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

- усовершенствована методика определения количественных обратных полюсных фигур для ГЦК сплавов, позволившая увеличить количество экспериментальных рефлексов на стандартном стереографическом треугольнике, что повысило информативность этого наиболее эффективного способа изучения неоднородности текстуры в массивных образцах;
- приведены методические разработки и соответствующие расчетные программы, одна из которых прошла государственную регистрацию, для количественного фазового анализа и оценки анизотропии упругих и прочностных свойств текстурированных полуфабрикатов Al-Li сплавов;
- показано, что неоднородность и анизотропия механических свойств плит из сплава В-1461 формируются на стадии прокатки и поэтому отсутствуют возможности их коррекции с помощью термообработки;
- Результаты диссертационной работы используются в учебном процессе для подготовки бакалавров по направлению 150100.62 «Материаловедение и технологии материалов» и специалистов по специальности 150601.65 «Материаловедение и технология новых материалов»;
- теоретические и экспериментальные положения, разработанные в кандидатской диссертации Князева М. И., используются при оптимизации технологии термической обработки деформированных полуфабрикатов из сплава В-1461 ФГУП «ВИАМ».

Оценка достоверности результатов выявила:

- автором выполнен большой объем экспериментов с использованием современных методов и методик, которые усовершенствованы применительно к исследуемым материалам;
- для экспериментальных работ использовано сертифицированное оборудование, воспроизводимость результатов исследований продемонстрирована на большом экспериментальном материале;
- научные выводы и рекомендации подтверждаются использованием при интерпретации структурно-фазовых эффектов расчетных методов, позволяющих выявить количественные корреляции между характеристиками структуры и свойствами.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задач исследования, проведении основных экспериментов, получении исходных данных, обработке и интерпретации экспериментальных данных, подготовке основных публикаций по выполненной работе, а также участии в апробации результатов исследования.

Диссертационная работа соответствует требованиям паспорта специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

На заседании 21 апреля 2016 г. диссертационный совет принял решение присудить Князеву М.И. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 6 докторов наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за - 16, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель  
диссертационного совета  
Д 002.060.01



Банних О.А.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
Д 002.060.01

Блинов В.М.

«25» апреля 2016 г.