ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.01, созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № ______ решение диссертационного совета от 03.12.2020 № 10/20

О присуждении Соловьевой Юлии Борисовне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка криомеханического упрочнения авиационного сплава B95», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» принята к защите 27 августа 2020 г., протокол № 6/20, диссертационным советом Д 002.060.01, базе Федерального государственного бюджетного созданным на учреждения науки Институт металлургии материаловедения И им. А.А. Байкова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, 119334, Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель Соловьева Юлия Борисовна 1989 года рождения. В 2013 году окончила Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (г. Москва) по направлению подготовки Металлургия. В 2019 г. окончила аспирантуру ИМЕТ РАН по направлению 22.06.01 «Технологии материалов», направленности подготовки — Металловедение и термическая обработка

металлов и сплавов. Работает инженером по криогенным жидким продуктам в ООО «ЭР ЛИКИД».

Диссертация выполнена в группе высоковольтной электронной микроскопии Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Министерство науки и высшего образования Российской Федерации.

Научный руководитель — Ермишкин Вячеслав Александрович, доктор физико-математических наук, руководитель группы высоковольтной электронной микроскопии Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

- 1. Муратов Владимир Сергеевич, доктор технических наук, проф., профессор кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» (СамГТУ);
- 2. Кунавин Сергей Алексеевич, кандидат технических наук, главный научный сотрудник АО «НПО «Центральный научно-исследовательский институт технологии машиностроения» (АО «НПО «ЦНИИТМАШ»)

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Акционерное общество «Композит», г. Королев, в своем положительном отзыве, подписанном главным металлургом, доктором технических наук Бутримом В.Н., председателем секции НТС, кандидатом технических наук Гусаковым М.С. и секретарем секции НТС, кандидатом технических наук Богдановым С.Н., и утвержденном первым заместителем генерального директора АО «Композит», доктором технических наук Тимофеевым А.Н., указала, что диссертационная работа Соловьевой Ю.Б. представляет собой завершенную научно-

исследовательскую работу, в которой получены оригинальные научные результаты, представляющие теоретическую и практическую ценность, также указала, что по актуальности, достоверности, методическому уровню исследования, научной новизне и значимости полученных результатов, диссертация соответствует п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ и паспорта специальности 05.16.01- «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов». Автор работы Ю.Б. Соловьева заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Соискатель имеет 14 работ, опубликованных по теме диссертации, из них в рецензируемых научных изданиях - 2, опубликованных в трудах конференций - 12. Общий объем работ по теме диссертации составляет 4 печатных листа (авторский вклад 70 %).

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

- 1. Ермишкин В.А., Соловьева Ю.Б., Кулагин С.П., Минина Н.А., Томенко А.К Оценка трещиностойкости в рамках механики и физики разрушения//Сб трудов VIII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур». Москва, НИТУ «МИСиС», с 181.
- 2. Соловьева Ю.Б. Влияние структурного состояния на трещиностойкость сплава В95// Сб. Трудов XIII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико химия и технология неорганических материалов». М: ИМЕТ РАН, 2016, с 62.
- 3. Соловьева Ю.Б. Применение метода фотометрического анализа структурных изображений для оценки трещиностойкости сплава В95 после криомеханической обработки// Сб. Трудов Третьего междисциплинарного молодежного научного форума с международным участием «Новые материалы», М: ООО «Буки Веди», 2017, с 341.

- 4. Effect of cryogenic treatment on the fracture toughness of aircraft aluminum alloy 7075 IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 347 (2018) 012054 doi:10.1088/1757-899X/347/1/012054
- 5. Ермишкин. В.А., Соловьева Ю.Б. Роль структурных факторов в формировании механических характеристик материалов. Фундаментальные проблемы современного материаловедения, №1, 2019г., т.16 с 112-117 DOI: 10.25712/ASTU.1811-1416.2019.01.016

В положительном отзыве ведущей организации имеются следующие замечания:

- 1. B литературном обзоре недостаточное внимание уделено современным методам оценки трещиностойкости, в том числе и качестве сравнения оптическим, В К предложенному методу фотометрического анализа структурных изображений (ФАСИ).
- 2. Оценка прочности проведена в условиях сжатия, что не является стандартным методом при оценке комплекса механических свойств.
- 3. В формулах 34 и 41 различные величины обозначены символом Е, в формуле 34 это энергия, в формуле 41 модуль упругости. В работе не приведены изменения модуля упругости материала.
- 4. Не очевиден в работе выбор электроискрового надреза в качестве исходной предварительно нанесенной трещины взамен нанесения усталостной трещины в соответствии со стандартом ГОСТ 25.506-85.
- 5. Не проведены фрактографические исследования и не определен фазовый состав изломов образцов.
- От официального оппонента Муратова В.С. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:
- 1. Нет описания методики определения подбора параметров режимов упрочнения для каждой стадии криомеханической обработки (КМО) с помощью фотометрического анализа структурных изображений (ФАСИ).

- 2. Стр. 87 в разделе 4.4. не совсем понятно, что автор подразумевает под «ячеистой структурой», полученной в результате применения криомеханического упрочнения.
- 3. При оценке интегральной прочности сплава B95 по методу ФАСИ не очевидно, какими механизмами упрочнения обусловлены парциальные значения прочностей структурных составляющих.
- 4. Использование сканирующей электронной микроскопии позволило бы получить более достоверную информацию о структуре и фазовом составе образцов с покрытиями из титана и меди. Автор в работе сформировал предположения о наличии в составе покрытия фазы TiAl₃, базируясь на данных диаграммы состояния двойной системы Al -Ti.
- 5. Стр. 94 в таблице 18 некорректно указано среднее значение предела прочности σ_в, определенное методом ФАСИ.
- 6. Чем обоснован режим старения после криомеханического упрочнения сплава В95 (температура и длительность)? В сравнении с промышленной технологией двухступенчатым длительного старения (I T=123°C, t=24 ч, II T=165°C, t=18ч) предлагаемый автором режим старения (T = 45 °C, t=30 мин) отличается на порядок в отношении длительности старения и в несколько раз в отношении температуры нагрева.

От официального оппонента Кунавина С.А. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

- 1. С помощью метода ФАСИ получены данные с поверхности образца. Каким образом эти данные отражают полноценную информацию относительно всего объема образца?
- 2. Отсутствуют пояснения к таблице 5: почему выбраны именно такие значения \mathbf{r} ?
- 3. Метод ФАСИ основан на расчете спектров яркости отражения, которые напрямую зависят от шероховатости материала и связаны с внутренней энергией образца. Идентичные образцы с разным уровнем

шероховатости будут иметь разные уровни внутренней энергии. Каким образом автор учитывает эти отклонения? Также существует вероятность, что в процессе нагружения, нагружающая образец система, состоящая из неидеальной силовой цепочки может приводить к смещению образца в процессе нагружения или асимметрии, что также будет приводить к мнимым изменениям внутренней энергии образца.

4. Несмотря на экспериментально подтвержденное соответствие трещиностойкости результатов оценки на образцах трещиной, зарожденной электроискровым способом, и образцах с усталостной трещиной, выбор в качестве трещины «грубого» электроискрового надреза сопряжен с повышенной вероятностью возникновения пластической зоны в вершине трещины в процессе испытания и снижения достоверности полученных результатов. В особенности это касается алюминиевых сплавов, в случае которых дислокации склонны к множественному скольжению уже на начальных этапах деформации.

На автореферат диссертации Соловьевой Ю.Б. поступило 7 отзывов. Все отзывы положительные.

- 1. Отзыв начальника отдела 208 «Прогнозирование ресурса деталей авиационных ГТД» Исследовательского центра 2000 «Динамика, прочность, надежность» ФГУП «Центральный институт авиационного моторостроения имени П.И.Баранова» д.т.н. Туманова Н.В. содержит 2 замечания:
- 1) При обозначении критических значений коэффициента интенсивности напряжений K_{1c} в ряде случаев отсутствует нижний индекс «с».
- 2) Процедура определения K_{1c} методом ФАСИ, проиллюстрированная на рисунке 6а, не вполне корректно описывается формулами (5) и (12).

- 2. Отзыв начальника центра прикладного материаловедения ООО «Научно-исследовательский институт разработки и эксплуатации нефтепромысловых труб», к.т.н. Михеева Д.А. содержит 1 замечание:
- 1) Недостаточное внимание к структурным исследованиям упрочненного сплава В95 после нанесения покрытий из титана и меди, и отсутствие анализа изломов образцов, что не позволило получить доказательное подтверждение фазового состава покрытий и наглядное представление о видах разрушения после различных режимов обработки.
- 3. Отзыв руководителя научного направления Института проблем машиноведения РАН филиала ФГБНУ «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики Российской академии наук», д.ф-м.н., профессора, заслуженного деятеля науки РФ Перевезенцева В.Н. содержит 2 замечания:
- 1) В автореферате не приведены результаты рентгеноструктурного анализа, о которых упоминается в методологической части работы.
- 2) Не очевидны причины выбора нестандартных образцов для испытаний на трещиностойкость, которые являются ключевыми по своей значимости в представленной работе.
- 4. Отзыв Заведующего кафедрой физики, химии и теоретической механики ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурностроительный университет», д.ф-м.н., доцента Соловьевой Ю.В. не содержит замечаний.
- 5. Отзыв исполняющего обязанности заведующего лабораторией физико-химической инженерии композиционных материалов, главного научного сотрудника ФГБУН «Институт проблем химической физики» РАН, д.ф-м.н., профессора, заслуженного деятеля науки РФ Колобова Ю.Р. содержит 1 замечание:
- 1) многие выводы автореферата основаны на связи эффекта увеличения механических свойств с формированием мелкодисперсных выделений $MgZn_2$ и $CuAl_2$ фаз. Вместе с тем следует отметить, что в тексте

автореферата нет информации об индицировании современными аналитическими методами электронной микроскопии перечисленных упрочняющих мелкодисперсных частиц фаз, а также не указан их средний размер и гистограммы распределения частиц по размерам.

- 6. Отзыв заведующего лабораторией Физики поверхностных явлений ФГБУН «Институт физики прочности и материаловедения» СО РАН д.ф.-м.н., доц. Панина А.В. содержит 2 замечания:
- 1) В выводах по работе утверждается, что увеличение характеристик прочности и трещиностойкости сплава В95 после КМО достигается в результате формирования мелкофрагментированной ячеистой дислокационной структуры с мелкодисперсными выделениями фаз MgZn₂ и CuAl₂ на дислокациях при старении. Однако ни в автореферате, ни в самой диссертации не представлено каких-либо результатов исследования дислокационных структур.
- 2) В работе утверждается, что нанесение методом PVD покрытий из титана толщиной 15-20 мкм обеспечивает увеличение трещиностойкости образцов сплава В95 за счет образования упрочняющих фаз TiAl₃, препятствующих выходу дислокаций на поверхность. Этот результат требует пояснения, а также доказательства наличия этих фаз.
- 7. Отзыв научного сотрудника лаборатории «Материаловедение и технология легких сплавов» ФГБУН «Институт проблем сверхпластичности металлов РАН» к.т.н. Крымского С.В. содержит 2 замечания:
- 1) Из данных таблицы 1 видно, что один из образцов (исх.№4) показал заниженные механические свойства ($\sigma_{0,2}$ =332 МПа, σ_B =606 МПа). Отсутствуют комментарии автора о причинах такого отклонения.
- 2) Из текста автореферата не ясно, чем обусловлен выбор нестандартных малогаборитных образцов для оценки трещиностойкости, а также выбор режимов деформации низкотемпературного сжатия (степень деформации 0,3% и 0,4%) для сплава В95.

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.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработана упрочняющая технология высокопрочного сплава B95 с применением деформации в криогенных средах, позволяющая повысить предел прочности сплава с одновременным повышением трещиностойкости.
- предложен новый подход к оценке трещиностойкости сплава B95 с учетом структурного состояния материала на малогабаритных образцах с помощью неразрушающего бесконтактного метода ФАСИ, который основывается на сравнительном анализе видеоизображений и спектров яркости отражения от поверхности образцов в разные моменты нагружения образца.
- предложен оригинальный метод изучения кинетики развития разрушения сплава B95, совмещающий измерения длины трещины и ее раскрытия посредством измерения площади, охваченным контуром трещины.
- предложена методика оценки энергии зарождения трещин в материале, а также новый подход к оценке интегральной прочности сплава B95.
- доказана перспективность использования предлагаемого метода оценки трещиностойкости в практике аттестации долговечности конструкций в процессе эксплуатации.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказано положительное влияние упрочняющей криомеханической технологии на прочность и трещиностойкость сплава В95, а также

возможность повышения трещиностойкости сплава В95 с помощью покрытий титана;

- применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован комплекс современных методов исследования, в том числе, аналитических и численных методов, экспериментальных методик;
- с использованием метода ФАСИ изучен процесс деформирования сплава, получены кинетические кривые, описывающие стадийность развития процесса разрушения, определены значения средних напряжений в области развития трещины и макроскопические характеристики разрушения коэффициента интенсивности напряжений (К1с).
- изучены особенности структурно-механического поведения сплава В95 после криомеханической обработки, включающей упрочняющую термическую обработку и пластическую деформацию в криогенных средах.
- установлено, что результаты, полученные в диссертационной работе, дополняют и расширяют научные знания по проблематике диссертации и соответствуют существующим теоретическим представлениям.

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

- разработанная упрочняющая обработка может быть опробована в условиях промышленного производства для упрочнения высокопрочных нагруженных конструкций авиационного назначения, дополнительное упрочнение отдельных участков конструкционных изделий может быть выполнено путем локального нанесения покрытий из титана.
- разработанная методика оценки трещиностойкости может быть использованная альтернативного В качестве метода оценки трещиностойкости в исследовательской практике ИЛИ качестве неразрушающего метода оценки долговечности реальных конструкционных изделий, находящихся в эксплуатации.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

- результаты, представленные в диссертационной работе, получены на основе экспериментов, проведенных на современном научном оборудовании и с использованием апробированных аналитических методов; достоверность результатов, полученных с применением метода ФАСИ обеспечена сопоставимостью с результатами, полученными при использовании соответствующих нормативных стандартов и подтверждена их воспроизводимостью;
- полученные результаты интерпретированы на основе известных положений материаловедения, теории термической обработки, физики прочности и механики разрушения. Полученные новые результаты не противоречат ранее опубликованным данным и теоретическим положениям.
- установлено качественное и количественное совпадение полученных экспериментальных и теоретических результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задачи и участии на всех этапах процесса проведения исследований, непосредственном участии в получении исходных данных и научных экспериментах, обработке и интерпретации теоретических и экспериментальных данных, выполненных лично автором или при участии автора. Статьи и тезисы докладов на всероссийских и международных конференциях написаны лично автором или при участии автора.

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

На заседании 03 декабря 2020 г. диссертационный совет принял решение присудить Соловьевой Юлии Борисовне ученую степень кандидата технических наук.

При проведении голосования диссертационный совет в количестве 14 человек, из них 4 доктора 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 − 14, против − нет. Решение диссертационного совета принималось открытым голосованием в соответствии с Приказом Министерства науки и высшего образования Российской Федерации «Об особенностях порядка организации работы советов по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук» №734 от 22 июня 2020 г., направленным на предотвращение распространения новой коронавирусной инфекции (COVID-19), ввиду удаленного участия 5 членов диссертационного совета из 14 участвовавших в заседании.

Председатель

Диссертационного совета

Д 002.060.01, д.т.н., проф.

Поварова К.Б.

makely

Ученый секретарь

Диссертационного совета

Д 002.060.01, д.т.н., проф.

Рощупкин В.В.

«09» декабря 2020 г.

Подписи К.Б. Поваровой и В.В. Рощупкина удостоверяю:

Ученый секретарь

ИМЕТ РАН, к.т.н.

Фомина О.Н.