

УТВЕРЖДАЮ
Первый проректор - проректор по
научно-исследовательской работе
Самарского национального
исследовательского университета
имени академика С.П. Королева,
доктор технических наук, доцент
А.Б. Прокофьев
«27» ноября 2019 г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Малюх Марины Александровны «Разработка составов легких сплавов системы Al-Si-Cu с регламентированным температурным коэффициентом линейного расширения», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертационной работы

Развитие наукоемких и высокотехнологичных отраслей промышленности, таких как авиация, ракетно-космический комплекс, точное приборостроение, радиотехника требует разработки деталей и изделий, работающих в экстремальных условиях. В связи с этим возникает потребность создания новых материалов, обеспечивающих надежную работу изделий ответственного назначения в широком диапазоне температур. Одним из таких направлений является создание материалов с заданными и низкими значениями температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР). К подобным материалам, много лет применяющимся в промышленности, относятся инварные (на основе системы Fe-Ni) и суперинварные (на основе системы Fe-Ni-Co) сплавы. Однако в их составе присутствует большое количество дорогих и дефицитных легирующих элементов, таких как никель, кобальт, вольфрам, молибден и др. Кроме того, инвары обладают большой плотностью, что утяжеляет конструкции и приборы. Для повышения весовой отдачи материалов, их надежности и ресурса необходима разработка новых сплавов, обладающих не только низким ТКЛР, но и малой плотностью.

В области легких сплавов с низким ТКЛР лучшим достижением на сегодняшний день являются спеченные алюминиевые сплавы (САС) на основе системы Al-Si, которые получают методами порошковой металлургии. Однако при удовлетворительных механических свойствах и малой плотности их ТКЛР имеет значения не ниже $13,5 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$, поэтому исследования в области

разработки новых легких немагнитных материалов с регламентированным ТКЛР являются весьма актуальными.

Проблема разработки сплавов с регламентированным ТКЛР осложняется тем, что к настоящему времени отсутствует единая теория создания таких сплавов, и даже природа инварной аномалии тепловых свойств до сих пор не получила исчерпывающего объяснения.

В связи с изложенным тема диссертационной работы Малюх М.А., посвященной разработке новых составов и способов модифицирующей обработки сплавов систем Al-Si, Al-Cu и Al-Si-Cu, имеющих стабильно низкие значения ТКЛР, не превышающие $\alpha_{50-150} = 7,0 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$, является актуальной.

Структура и содержание работы

Во введении обоснована актуальность темы исследований и степень ее разработанности, сформулированы цели и задачи работы, научная новизна, теоретическая и практическая значимость, представлены положения, выносимые на защиту, обоснована достоверность результатов, отражены личный вклад диссертанта и степень апробации результатов работы.

В первой главе приведены современные представления о тепловом расширении металлов, в частности, о тепловом расширении алюминия и его сплавов, а также выполнен критический обзор факторов, влияющих на величину ТКЛР. Охарактеризованы промышленные сплавы с заданной величиной ТКЛР – инвары и САСы. Рассмотрены теоретические предпосылки, на основе которых происходит в настоящее время разработка сплавов с регламентированным ТКЛР. Обзор литературы, написанный Малюх М.А., содержит значительный объем информации по теме работы, включая новые публикации в ведущих журналах. Результаты аналитического обзора подтверждают целесообразность проведения новых исследований по влиянию составов легких сплавов, а также способов и режимов их обработки на особенности формирования структуры и закономерности изменения ТКЛР. На основании выполненного аналитического обзора поставлены и обоснованы конкретные задачи исследования.

Во второй главе приведена характеристика материалов и методов исследования. В качестве материалов исследования в работе были использованы алюминий технической чистоты, а также двойные и тройные сплавы алюминия с кремнием и медью. Приведена методика выплавки сплавов, включая различные режимы модифицирующей обработки расплава и условия кристаллизации отливок.

Для решения поставленных в работе задач применен комплекс современных методов изучения микроструктуры и физико-механических свойств высоколегированных сплавов систем Al-Si, Al-Cu, Al-Si-Cu в исходном состоянии, а также после термической обработки и пластической деформации. В качестве основных методов структурных исследований автор использовал

оптическую и электронную микроскопию, а также микрорентгеноспектральный и рентгенофазовый анализ. Для оценки уровня физико-механических свойств сплавов использованы дилатометрический анализ, определение плотности методом гидростатического взвешивания, определение механических свойств при статическом растяжении. Таким образом, методы исследования структуры дополнены методами исследования свойств, что позволило получить комплекс достоверных экспериментальных данных об особенностях формирования структуры сплавов с регламентированными значениями ТКЛР.

В третьей главе представлены результаты исследований теплового расширения алюминия технической чистоты и сплавов систем Al-Si и Al-Cu после различных видов обработки: модифицирования, термической обработки и пластической деформации.

Получены новые численные данные о величине ТКЛР алюминия в зависимости от вида обработки расплава и условий кристаллизации. Показано, что за счет обработки расплава смесью карбонатов щёлочноземельных металлов, без введения легирующих элементов, возможно получить значения ТКЛР алюминия технической чистоты, равнозначные значениям ТКЛР сплава Al-20%Si в интервале испытания $50 \div 100$ °С, важном для приборной техники. Дополнительному снижению ТКЛР способствует увеличение скорости кристаллизации алюминия.

Исследовано влияние скорости кристаллизации на микроструктуру и тепловое расширение сплавов Al-11-50 %Si. Установлено, что увеличение содержания кремния в сплаве до 50% приводит к резкому укрупнению выделений кристаллов кремнистой фазы и в меньшей мере проявляется влияние скорости кристаллизации. Установлена возможность существенного снижения ТКЛР сплавов Al-(10÷30) %Si, закристаллизованных методом жидкой штамповки, при высоких температурах испытания $T_{исп} = 400...450$ °С.

Для улучшения структуры и обеспечения комплекса свойств проведена модифицирующая обработка сплавов Al-15-40%Si веществами, обеспечивающими повышенное содержание кислорода, водорода и азота в расплаве (обработка смесями $(CaCO_3 \cdot MgCO_3)$, $(LiH+Cu_3P)$, обработка парами водного раствора $CuSO_4$, обработка водяным паром). Установлено, что обработка расплава путем выстаивания в атмосфере водяного пара при 920 °С в течение 15–45 мин способствует диспергированию не только первичных, но и эвтектических кристаллов кремнистой фазы, что делает возможным проведение пластической деформации.

Установлено, что горячая пластическая деформация модифицированных заэвтектических сплавов Al-Si способствует улучшению параметров их структуры, прежде всего, измельчению и сфероидизации КПК и эвтектических частиц кремнистой фазы. При этом значительно повышаются их механические

свойства: предел прочности возрастает в 1,5–1,8 раза, а относительное удлинение увеличивается в 2–4 раза по сравнению с литым состоянием. Однако дилатометрический анализ показал, что проведение горячей пластической деформации модифицированных сплавов Al – 15÷30% Si способствует увеличению ТКЛР в низкотемпературном интервале испытаний и значительному его снижению при высоких температурах испытания.

Исследовано тепловое расширение высококремнистых сплавов с 55, 60, 65, 70 % кремния. Получен легкий инвар на базе системы 60 % Si – 40 % Al, который имеет практически постоянные значения от 8,5 до $9,0 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹ во всем температурном интервале испытаний от 50 до 450 °С.

Исследовано тепловое расширение двойных сплавов системы Al-Cu с содержанием меди от 5 до 30 %. Установлено, что легирование медью от 5 до 15% приводит к резкому увеличению ТКЛР алюминия при температуре испытания 300 °С. Дальнейшее увеличение содержания меди до 30% существенно снижает ТКЛР алюминия во всем интервале испытаний. Сравнительный анализ влияния легирования медью и кремнием на ТКЛР алюминия показал, что кремний более эффективен.

При исследовании влияния термообработки на тепловое расширение сплавов Al – 4÷10% Cu выявлено, что чем выше значения ТКЛР при $T_{исп} = 300$ °С, тем сильнее его снижение после длительного нагрева при 300 °С.

Установлено, что горячая и холодная пластическая деформации сплавов Al – 10÷20% Cu существенно влияет на их тепловое расширение, причем эффект деформации усиливается при увеличении содержания меди. На примере сплавов алюминия с 10, 15 и 20 % меди, показано, что пластическая деформация и последующий рекристаллизационный отжиг полностью устраняют аномалию линейного расширения, характерную для литого состояния.

В **четвертой главе** представлены результаты исследований влияния легирования на микроструктуру и тепловое расширение тройных сплавов системы Al-Si-Cu. Исследовано влияние термической обработки и условий приготовления на тепловое расширение сплавов Al-11%Si-Cu, Al-20÷40%Si-Cu. Приведены сведения об апробации результатов экспериментальных исследований и рекомендации по применению новых сплавов.

Проведены подробные металлографические исследования влияния меди в количестве 4–40% на особенности структуры сплавов алюминия с 11, 20, 30, а также 40 и 50% кремния, дополненные результатами микрорентгеноспектрального, а также рентгенофазового анализа.

Металлографический анализ показал, что совместное введение Si и Cu способствует образованию более мелких первичных кристаллов кремнистой фазы, чем в двойном сплаве. Между кристаллами кремнистой фазы располагаются дисперсная эвтектика и дендриты твердого раствора. Кроме того,

установлено, что в тройных сплавах увеличивается размер дендритных ветвей и уменьшается расстояние между ними. С помощью РЭМ выявлено, что эвтектика имеет мелкоигльчатое строение со средним размером частиц эвтектического кремния не более 10 мкм. Рентгеноспектральный микроанализ подтверждает, что кремний присутствует в составе тройной эвтектики в виде частиц игльчатой формы, а медь в основном входит в состав эвтектики в виде фазы CuAl_2 .

Исследованы закономерности теплового расширения сплавов системы Al-Si-Cu и найдены составы сплавов, имеющих низкие и стабильные значения ТКЛР в различных температурных интервалах испытаний. Показано, что сплав Al-40%Si-40%Cu имеет ТКЛР, равный $4,5 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹ в низкотемпературном интервале испытаний 50–150 °С. Установлена возможность получения низких значений ТКЛР в более широком интервале испытания: так, ТКЛР сплава 50%Si-20%Cu-Al составляет $6,7 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹ в интервале 50–450 °С. Установлено, что сплав 50% Si-40%Cu-Al имеет мало изменяющиеся значения ТКЛР $\alpha = 3,0 \div 4,0 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹ во всем температурном интервале испытаний от 50 до 450 °С, что является большим его преимуществом по сравнению со сплавами инварного типа, сохраняющими низкий ТКЛР до 100 °С.

Для разработанных сплавов систем Al-Si и Al-Si-Cu с регламентированным ТКЛР приведены рекомендации по областям и условиям их возможного использования.

В заключении приведены общие выводы по работе.

В Приложении представлены справка о промышленном внедрении результатов научно-исследовательской работы и акт о внедрении в учебный процесс.

В целом диссертационная работа изложена технически грамотно, с применением терминологии, принятой в области металловедения. Общее оформление работы соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Каждая глава содержит важные результаты научных исследований автора и завершается обоснованными выводами.

Основные научные результаты и их значимость для науки и производства

Работа содержит ряд новых научных результатов, наиболее значимыми из которых являются следующие:

- 1) развиты теоретические основы создания легких сплавов системы Al-Si-Cu с регламентированным ТКЛР, содержащих кремний и медь в количествах, многократно превышающих предел растворимости их в алюминии;
- 2) получены новые количественные данные, установлены и научно обоснованы зависимости и закономерности влияния скорости охлаждения расплава при

кристаллизации на структуру и ТКЛР алюминия технической чистоты и сплавов систем Al-Si и Al-Cu;

3) впервые установлены закономерности и научно обоснован механизм совместного влияния легирования кремнием и медью в количествах, многократно превышающих предел растворимости их в алюминии, на ТКЛР, микроструктуру и фазовый состав сплавов системы Al-Si-Cu.

Теоретическая и практическая значимость диссертационной работы

1. Систематизированы результаты экспериментальных исследований и зарегистрирована база данных «Тепловое расширение алюминиевых сплавов, легированных кремнием и медью», которая может быть использована для проведения научных исследований в области теплового расширения металлов и сплавов и для совершенствования технологии получения алюминиевых сплавов специального назначения.

2. Для разработки новых и совершенствования существующих технологий производства алюминиевых сплавов определены зависимости влияния скорости охлаждения расплава при кристаллизации, а также модифицирующей обработки карбонатами щелочноземельных металлов на ТКЛР.

3. Разработаны новые составы высоколегированных легких сплавов системы Al-Si-Cu, имеющих низкие и стабильные значения ТКЛР в интервале температур 50–450°C. Новые сплавы по величине ТКЛР конкурируют с железоникелевыми инварами и САС.

4. Получены зависимости влияния температуры эксплуатации на ТКЛР сплава 50% Si–40% Cu–Al.

5. Для различных составов легких сплавов системы Al-Si-Cu с заданными ТКЛР разработаны рекомендации по практическому применению для изготовления деталей и изделий специального назначения.

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций

Все результаты, представленные в диссертации, получены с помощью современного оборудования, позволяющего обеспечить необходимую точность измерений, а также надежных методик исследования. Методы исследования структуры и свойств дополняют друг друга, обеспечивая достоверность и обоснованность полученных результатов. Получен большой объем экспериментальных данных, которые не противоречат современным представлениям о формировании структуры и свойств материалов.

Результаты работы докладывались и обсуждались на научных конференциях различного уровня.

Основное содержание работы представлено в 35 научных публикациях, из них 9 статей опубликовано в изданиях, рекомендованных ВАК, 4 статьи – в журналах, включенных в наукометрическую базу данных Scopus. Имеется 1 свидетельство о государственной регистрации базы данных.

Соответствие содержания диссертации указанной специальности

Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне соответствует паспорту научной специальности ВАК 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов по пунктам:

1. Изучение взаимосвязи химического и фазового составов (характеризуемых различными типами диаграмм), в том числе диаграммами состояния с физическими, механическими, химическими и другими свойствами сплавов;

3. Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры (типа, количества и характера распределения дефектов кристаллического строения) на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов.

Соответствие содержания автореферата содержанию диссертации

Автореферат диссертации полностью и правильно отражает содержание диссертации, основные положения и выводы.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты диссертационной работы могут быть использованы в учебном процессе при подготовке бакалавров и магистров по направлениям подготовки «Материаловедение и технология материалов», «Металловедение и термическая обработка металлов» и «Технология литейных процессов» в учебных заведениях: Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева (г. Самара), Новосибирский государственный технический университет» (г. Новосибирск), национальный исследовательский «Томский политехнический университет» (г. Томск), «Уральский федеральный университет» (г. Екатеринбург), Алтайский политехнический университет имени Ползунова (г. Барнаул), а также в научных организациях, ориентированных на разработку новых материалов: Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), Институт физики металлов УрО РАН (г. Екатеринбург).

Результаты работы, связанные с разработкой новых сплавов с регламентированным ТКЛР, а также с разработкой способов и режимов обработки расплава и кристаллизации, рекомендуются к использованию на

предприятиях машиностроительного комплекса, в том числе на предприятиях ООО НПЦ «Иenor» (г. Королев), ООО НПЦ «Линвар» (г. Екатеринбург), ЗАО «ЗАЛ» (г. Барнаул), ООО «РосАЛит» (г. Заволжск), на ООО «Литейно-механический завод СКАД (г. Красноярск).

Замечания по диссертационной работе

1. Во второй главе достаточно подробно изложена процедура проведения статистической обработки результатов. Однако в экспериментальных главах не во всех таблицах (см. например, таблицы 3.1, 3.2 и 4.1) и графиках (см. например, рисунки 3.12, 3.17, 3.20, 3.21 и 4.2) приведены доверительные интервалы, что затрудняет сравнительную оценку полученных результатов.

2. В главе 3, пп. 3.2.2 автор приводит результаты экспериментальных исследований по влиянию различных видов модифицирующей обработки расплава на особенности структуры силуминов, связывая структурные изменения с изменением содержания водорода в сплавах. Учитывая роль водорода, как элемента, во многом определяющего формирование структуры и свойств силуминов, и его высокую диффузионную подвижность, целесообразно было бы привести в главе 2, п. 2.5 «Газовый анализ» более подробное описание методики определения содержания водорода, включая вырезку образцов и условия их хранения до проведения анализа.

3. В главе 4, п. 4.4 приведены результаты исследований влияния термической обработки, в частности, гомогенизационного отжига при температуре 500°C на тепловое расширение сплавов Al-Si-Cu. Однако в главе 2, п. 2.7 не указано, в каких печах проводили такую термическую обработку и не приведена точность температуры выдержки.

4. При сравнении новых и известных промышленных сплавов с регламентированным ТКЛР по стоимости (рисунок 4.33) и по плотности (рисунок 4.34) использованы относительные единицы. Для усиления доказательности сделанных выводов следовало бы привести конкретные цифры плотности сплавов и стоимости легирующих элементов.

Отмеченные замечания не снижают общей положительной оценки диссертационной работы, не влияют на основные научные и практические результаты и не затрагивают основных положений, выносимых соискателем на защиту.

Заключение

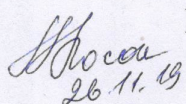
Диссертационная работа Малюх М.А. «Разработка составов легких сплавов системы Al-Si-Cu с регламентированным температурным коэффициентом линейного расширения» представляет собой самостоятельную

научно-квалификационную работу, в которой изложены новые научно-обоснованные технические и технологические решения актуальной проблемы создания материалов с требуемыми свойствами для наукоемких отраслей промышленности, а именно, разработке легких сплавов системы Al-Si-Cu с регламентированным температурным коэффициентом линейного расширения в заданном интервале температур эксплуатации.

Все перечисленное дает основания считать, по актуальности и объему выполненных автором исследований, новизне полученных результатов, их достоверности, научной и практической значимости представленная диссертационная работа соответствует критериям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук (Положение о присуждении ученых степеней, п. II. 9), а ее автор, Малюх Марина Александровна, заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертационная работа заслушана и обсуждена на научном семинаре кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения Самарского университета, где получила одобрение (протокол №4 от «14» ноября 2019 г.).

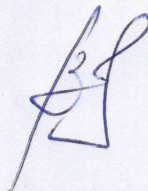
Председатель семинара
доцент кафедры технологии
металлов и авиационного материаловедения
канд. техн. наук, доцент


26.11.19

Екатерина Александровна
Носова

Отзыв составил:

К.т.н., доцент, доцент кафедры технологии
металлов и авиационного материаловедения



Сергей Васильевич
Воронин

федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Самарский национальный исследовательский
университет имени академика С.П. Королева» (Самарский университет)
443086, Самарская обл., г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34,
тел. 8(846) 267-46-41, 335-18-26, адрес эл.почты ssau@ssau.ru

Подписи Е.А. Носовой и С.В. Воронина удостоверяю
Ученый секретарь Самарского университета



В.С. Кузьмичев
«26» ноября 2019 г.