

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу

Загуляева Дмитрия Валерьевича «Модификация структуры и свойств алюминия и доэвтектических силуминов методами электронно-ионно-плазменных и магнитных воздействий», представленную к защите на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния

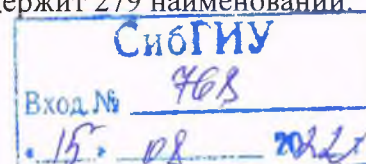
### 1. Актуальность диссертационной работы

Алюминиевые сплавы являются одними из самых распространённых и во многом незаменимых материалов, использующихся в транспортной, строительной, аэрокосмической и пищевой отраслях промышленности. Это обусловлено, как наибольшим содержанием алюминия в земной коре среди всех металлов, так и возможностью достижения наиболее сбалансированного комплекса основных эксплуатационных и технологических свойств. Среди литейных алюминиевых сплавов наибольшее применение нашли силумины – сплавы на основе алюминиево-кремниевой эвтектики. К сожалению, в связи со структурными особенностями литых Al-Si сплавов, их износостойкость характеризуется недостаточно высока. Улучшение служебных характеристик деталей может быть достигнуто при обработке поверхности внешними энергетическими источниками, к которым относятся плазменное напыление, лазерная и ионная обработки и др. Это весьма перспективное направление, поскольку оно обеспечивает формирование многоэлементного многофазного покрытия с субмикроструктурной структурой, свободного от кремниевых включений и интерметаллидов микронных и субмикронных размеров, характерных для исходных сплавов. Данные виды обработок позволяют осуществить модифицирование локально, то есть в тех местах, где непосредственно происходит разрушение в процессе эксплуатации изделия.

Поэтому диссертационная работа Д.В. Загуляева «Модификация структуры и свойств алюминия и доэвтектических силуминов методами электронно-ионно-плазменных и магнитных воздействий», направленная на поиск общих закономерностей и подходов по управлению свойствами и установлению структурных особенностей приводящих к изменению свойств при различных методах энергетического воздействия, является весьма актуальной как с теоретической, так и с практической, точек зрения.

### 2. Структура и основное содержание работы

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 8 разделов, выводов, списка использованных источников. Текст изложен на 325 страницах, включает 27 таблиц, 155 рисунков. Список использованной литературы содержит 279 наименований.



**Во введении:** описана актуальность, поставлена цель и задачи исследования, обозначена научная новизна и практическая ценность исследования, приведены сведения об апробации и использовании результатов в научно-исследовательской и образовательной деятельности, а также в отечественной промышленности.

**В разделе 1** приведен анализ литературных данных отечественных и зарубежных авторов, в котором отражается современное состояние проблемы модификации структуры и свойств внешними источниками энергии. Кроме того, приведен детальный обзор физических процессов, которые происходят при каждом из воздействий и приводящие к изменениям структурно-фазовых состояний и свойств металлических материалов.

**В разделе 2** описаны основные методы проведения исследования, а именно, оптическая, электронная и просвечивающая микроскопия, испытания на ползучесть, микротвердость, трибологию. Приведены методики пробоподготовки и режимы магнитных и электронно-ионно-плазменных воздействий, для которых проводились исследования.

**В разделе 3** описаны результаты исследования влияния магнитного поля на микротвердость Al разной степени чистоты и скорость стационарной ползучести. Выполнена фрактография поверхности разрушения Al, полученной при деформировании в режиме ползучести с одновременным воздействием магнитными полями разной величины, а также проведен анализ изменений дислокационной субструктуры в таких условиях. Показано, что воздействие магнитного поля на скорость ползучести Al носит немонотонный характер: влияние магнитного поля приводит к увеличению скорости ползучести.

**В разделе 4** представлены результаты исследований влияния интенсивного импульсного электронного пучка на микротвердость, износостойкость, параметры кристаллического строения, структуру, элементный и фазовый состав сплава АК5М2. Методами сканирующей электронной микроскопии установлено, что облучение сплава АК5М2 сопровождается плавлением и растворением частиц интерметаллидов и кремния, формированием вдоль границ зерен закалочных микротрещин.

**В разделе 5** изложены результаты исследования влияния интенсивного импульсного электронного пучка на элементный и фазовый состав, микротвердость, параметры кристаллического строения, износостойкость, структуру сплава АК10М2Н. В результате проведенного исследования автором было установлено, что облучение сопровождается формированием градиентной структуры. Показано, что модифицированный слой, толщиной от 35 до 100 мкм, в зависимости от плотности энергии пучка электронов, свободен от интерметаллидов и состоит из нанокристаллической структуры ячеистой кристаллизации.

**В разделе 6** показаны результаты исследования сплава АК10М2Н, который был подвержен импульсному многофазному ионно-плазменному воздействию методом электровзрывного легирования по шести режимам, различающихся массой порошковой навески  $Y_2O_3$  и напряжением разряда. Выявлено, что электровзрывное легирование приводит к формированию поверхности, износостойкость и нанотвердость которой многократно превышает значения сплава в исходном состоянии. Выявлено образование многослойной структуры, состоящей из четырех слоев: поверхностного слоя, промежуточных слоев и переходного слоя.

**Раздел 7** посвящен исследованию сплава АК10М2Н подвергнутого электронно-ионно-плазменной обработке, состоящей из последовательного электровзрывного легирования модификатором  $Al-Ti-Y_2O_3$ . Показано, что электронно-ионно-плазменная обработка сплава АК10М2Н сопровождается формированием многофазного субмикро- нанокристаллического слоя, обогащенного атомами иттрия и титана.

**В разделе 8** на основе полученных данных о регулировании деформационного поведения алюминия за счет воздействия магнитными полями и существенное повышение эксплуатационных характеристик сплавов АК5М2 и АК10М2Н при работе в условиях трения скольжения приведены сведения об апробации результатов работы.

**В заключении** приведены основные выводы по диссертационной работе.

**В приложении** приведены справки и акты использования результатов работы в промышленности, научно-исследовательской работе и учебном процессе.

### **3. Научная новизна и основные результаты диссертационной работы**

Следующие основные результаты, имеют существенную научную новизну.

1. На основе полученных данных о воздействии постоянными магнитными полями величиной на микротвердость алюминия. Исследования процесса ползучести показали, что зависимость скорости ползучести от величины магнитной индукции носит немонотонный характер.

2. Установлено, что основным механизмом, отвечающим за изменение HV и скорости ползучести Al в условия действия магнитных полей является увеличение подвижности дислокаций за счет снижения энергетического барьера их закрепления.

3. Комплексное модифицирование поверхности сплава АК10М2Н приводит к формированию протяженного поверхностного слоя, концентрация Ti и Y в котором зависит от режима обработки, и от расстояния до поверхности модифицирования.



5. Разработан способ управления деформационными характеристиками Al заключающийся в воздействии магнитным полем величиной 0,3 Тл. Разработан метод повышения срока службы деталей и узлов изготавливаемых из силуминов.

#### **4. Значимость для науки и практики выводов и рекомендаций диссертанта**

Научная значимость диссертационной работы заключается в том, что в ней сформирована база данных о выявлении физической природы и закономерностей формирования структурно-фазовых состояний, модификации свойств Al и доэвтектических силуминов, подвергнутых электронно-ионно-плазменным воздействиям и пониманию физической природы упрочнения поверхности легких сплавов комбинированными внешними энергетическими воздействиями.

Кроме того, результаты, представленные в диссертационной работе Загуляева Д.В. дают возможность развивать научные и научно-технические направления в области разработки новых технологических решений по повышению физических и механических свойств изделий из сплавов на основе алюминия для их дальнейшего применения в качестве конструкционных материалов, используемых в машиностроении, авиастроении, автомобилестроении.

Практическая значимость полученных результатов подтверждена актами и справками об использовании результатов работы при разработке методов и технологий стало их внедрение на заводах АО «Аркони́к СМЗ», АО «РУСАЛ Новокузнецк» и малых производственных предприятиях ООО «ВЕСТ 2002», ООО «РЕМКОМПЛЕКТ». Результаты работы используются при научно-исследовательской деятельности ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет им. академика С.П. Королева», ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет», соответствующие акты практического использования результатов работы представлены в приложениях диссертации. По результатам работы подготовлено шесть патентов и две монографии.

#### **5. Замечания по диссертации**

1. Хотя объектами экспериментального исследования является нелегированный алюминий и силумины, в обзоре литературы большую часть текста занимают титановые сплавы. Поскольку работа направлена на повышение служебных характеристик (в частности трибологических) конкретных силуминов (AK5M2 и AK10M2H), то данному вопросу следовало уделить повышенное внимание. Тем более, что в выводе 5 по разделу 1 обозначена практическая направленность выполненного исследования: «Внедрить

экспериментальные результаты работы в практику модифицирования деталей и узлов, изготавливаемых из AlSi сплавов...»

2. Недостаточно обоснован выбор марочных сплавов как объектов исследования. Если сплав АК10М2Н предназначен для изготовления автомобильных поршней, от которых требуется повышенная износостойкость, то сплав АК5М2 (как правило, он готовится на основе вторичного сырья) не предназначен для изготовления деталей ответственного назначения. На мой взгляд, для чистоты эксперимента следовало бы использовать модельный двойной силумин (например, Al-5%Si).
3. Пункт «Научная и практическая значимость работы» приведен в слишком общем виде, явно не хватает конкретики.
4. В общих выводах не отражена специфика структуры силуминов и ее изменение под воздействием облучения (в частности термин «эвтектика» полностью отсутствует). При этом вывод 5 по разделу 5 представляется тривиальным, поскольку он отражает известные сведения о фазовом составе силумина АК10М2Н.
5. Не рассмотрены многие известные методы повышения износостойкости силуминов за счет модифицирования поверхности или нанесения специальных покрытий, в частности метод плазменного электролитического оксидирования (ПЭО).
6. Сравнение твердости (а также коррелируемой с твердостью износостойкости) модифицированных силуминов с твердостью силуминов в литом состоянии не вполне корректно, поскольку максимальная твердость данных силуминов достигается после термообработки Т6 (закалка + старение). Выявленное повышение твердости в сплаве АК5М2 (с 0,52 до 0,95 ГПа, см. с.102, нижний абзац и вывод 1 по разделу 4) соизмеримо с эффектом термического упрочнения. То же относится и к сплаву АК10М2Н (вывод 1 по разделу 5).
7. Поскольку поршневой силумин АК10М2Н предназначен для работы при повышенных температурах (до 300 °С), то возникает вопрос и термической стабильности модифицированной поверхности, поскольку ее структура является неравновесной. Согласно известным данным, полученным на быстрозакристаллизованных сплавах, повышенная дисперсность эвтектики способствует ее огрублению при нагреве, что ведет к снижению твердости. В диссертации этот вопрос не рассмотрен.
8. Автором выявлено формирование двух твердых растворов алюминия (с.106 и далее), что является признаком неравновесности фазового состава. В связи с этим возникает вопрос, сохранится ли такая структура после высокотемпературного отжига?
9. Как известно, размер дендритной ячейки связан со скоростью охлаждения при кристаллизации. В выводе по разделу 4 указан размер 40-200 нм, что отвечает скорости

более  $10^6$  К/с. В связи с этим было бы полезным изучить зависимость размера дендритной ячейки (и следовательно скорости охлаждения при кристаллизации) по толщине обученного слоя.

10. Вызывает сомнение идентификация фаз, обнаруженных в сплавах и АК5М2 АК10М2Н2: «...Дополнительно обнаружены фазы  $\text{Cu}_9\text{Al}_4$ ,  $\text{Cu}_{8.92}\text{Al}_{4.08}$ ,  $\text{Cu}_{5.64}\text{Al}_4$ ...!, \*с.146, верхняя строка), «...дополнительно обнаруживаются фазы  $\text{AlCu}_3$ ,  $\text{Cu}_9\text{Al}_4$ ,  $\text{Cu}_{8.92}\text{Al}_{4.08}$ ,  $\text{Cu}_{5.64}\text{Al}_{4.61}$ ...» (вывод 8 к главе 5), « $\text{FeSi}_2$ » (рис.4.14) и др. Вероятно, это связано с малым размерами частиц.
11. Весьма спорным является утверждение автора о частичном плавлении в сплаве АК10М2Н при обработке ИИЭП («...сопровождается лишь плавлением алюминия. Кристаллиты кремния и интерметаллидов, вследствие слабого термического воздействия пучка электронов, растворяются лишь частично..», с. 165), поскольку плавление силуминов начинается с плавления эвтектики, в которую входят легирующие элементы и, прежде всего, кремний. Неполное плавление первичных кристаллов кремния могло бы наблюдаться в заэвтектических силуминах, но в исходной структуре доэвтектического силумина АК10М2Н их нет.
12. Также является спорным и утверждения автора о гомогенизации структуры под воздействием облучения («..приводит к гомогенизации поверхностных слоев сплава АК10М2Н...», вывод 10 к главе 5). Для обоснования данного утверждения следовало бы гомогенизировать силумин АК10М2Н традиционным способом (т.е. высокотемпературным отжигом).
13. Рис.4.9 демонстрирует не размер зерна (как сказано на с.110), а размер дендритной ячейки.
14. Замечание к табл.2.2. Состав сплав АК10М2Н определен в ГОСТе 30620-98 «Сплавы алюминиевые для производства поршней» (а не в ГОСТе 1593-93).

Указанные замечания не снижают общую научную ценность и практическую значимость диссертационной работы, которая в целом заслуживает положительной оценки.

#### **6. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и заключений соискателя, сформулированных в диссертации**

Достоверность полученных данных гарантируется использованием современного поверенного научно-исследовательского оборудования (включая сканирующую и просвечивающую электронную микроскопию, рентгеноструктурный и микрорентгеноспектральный анализы, методикой постановки эксперимента, учитывающей положения математической статистики.



## **7. Соответствие диссертации паспорту специальности**

Научная новизна, актуальность работы, ее практическая ценность, а также положения, выносимые на защиту, соответствуют паспорту специальности 01.04.07 Физика конденсированного состояния пункт 1 - Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы свойств металлов и их сплавов, неорганических и органических соединений, диэлектриков и в том числе материалов световодов как в твердом, так и в аморфном состоянии в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления, и пункт 6 - Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами.

## **8. Соответствие автореферата диссертации**

Автореферат Д.В. Загуляева оформлен в соответствии с требованиями стандартов, полностью и точно отражает содержание диссертационной работы, написан грамотным научно-техническим языком, содержит все требуемые и четко сформулированные положения, и содержит только оригинальную полученную автором информацию.

## **9. Общее заключение по диссертационной работе**

Диссертация «Модификация структуры и свойств алюминия и доэвтектических силуминов методами электронно-ионно-плазменных и магнитных воздействий» является оригинальным и законченным квалификационным трудом обладающей большой актуальностью и имеющей высокую научную теоретическую ценность. Практическая ценность работы также подтверждается экономическим эффектом внедрения. Работа прошла серьезную апробацию как в России, так и за рубежом, на основных научно-технических конференциях по тематике физики конденсированного состояния и процессам термомеханической обработки металлических материалов. Основные положения диссертации опубликованы в авторитетных отечественных журналах, рекомендованных ВАК и приравненным к ним журналах Scopus и Web of Science (в соответствии с Приказом Минобрнауки России от 12 февраля 2018 г. N 99). Кроме того, следует отметить, что Д.В. Загуляев является состоявшимся ученым, имеющим опыт руководства и участия в качестве основного исполнителя крупных научных проектов.

Основываясь на изложенном в предыдущих пунктах отзыва, можно утверждать, что диссертационная квалификационная работа Д.В. Загуляева соответствует п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», в ней решена научная проблема установления механизмов и закономерностей формирования текстуры и свойств в деформируемых

порядке присуждения ученых степеней», в ней решена научная проблема установления механизмов и закономерностей формирования текстуры и свойств в деформируемых алюминиевых сплавах при рекристаллизации в процессах термомеханической обработки, имеющая важное хозяйственное значение для металлургической промышленности. Таким образом, Загуляев Дмитрий Валерьевич заслуживает присвоения ему ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния.

На обработку персональных данных согласен.

Официальный оппонент,  
профессор кафедры обработки металлов  
давлением ФГАОУ ВО «Национальный  
исследовательский технологический  
университет «МИСиС» \_\_\_\_\_ проф., д.т.н. Белов Николай Александрович  
«\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2022г.

Научная специальность 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»;

Почтовый адрес: 119049 Москва, Ленинский пр-т, д.4, каб. Г141;

Тел.: +7-910-476-5857;

E-mail: nikolay-belov@yandex.ru

Подпись Белова Николая Александровича \_\_\_\_\_

ПОДПИСЬ  
Проректор по безопасности  
и общим вопросам  
НИТУ «МИСиС»

ЗАВЕРЯЮ

И.М. Исаев

