

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА
на диссертационную работу
Носовой Екатерины Александровны
«Формирование в листах алюминиевых сплавов при термической и
деформационной обработке упорядоченной структуры для повышения
их штампуемости»
на соискание ученой степени доктора технических наук по
специальности 2.6.17. Материаловедение

Алюминиевые сплавы систем Al-Cu-Mg и Al-Mg широко применяются в виде листовых деталей в изделиях современного авиастроения, ракетостроения, автомобилестроения, в строительстве и других отраслях промышленности. Возможности деформирования листов, определяющие их технологичность при изготовлении деталей методом листовой штамповки, связаны с особенностями микроструктуры, такими как размер зерна и его однородность, фазовый состав, характер распределения интерметаллических фаз внутри твёрдого раствора, кристаллографическая текстура.

Перечисленные структурные особенности могут изменяться в листах из алюминиевых сплавов в зависимости от технологических параметров их изготовления, в том числе, от сочетания параметров деформирования и режимов термической обработки.

Однако степень влияния комплекса различных параметров структуры листов из вышеуказанных алюминиевых сплавов на штампуемость – один из основных показателей технологичности на сегодняшний день изучена недостаточно.

В работе предложен оригинальный подход объединения комплекса структурно-фазовых характеристик и элементного состава материала через введение структурной энтропии системы, связанной с уровнем упорядочивания структуры, влияющего на свойства материалов, однако детальный характер такого влияния не установлен.

Диссертационная работа Носовой Е.А. «Формирование в листах алюминиевых сплавов при термической и деформационной обработке упорядоченной структуры для повышения их штампуемости» направлена на разработку режимов получения и установление закономерностей влияния упорядоченной структуры на технологические свойства листов из алюминиевых сплавов, предназначенных для изготовления деталей методами листовой штамповки.

В диссертационной работе решены следующие задачи:

- установлены закономерности изменения структуры и свойств листовых алюминиевых сплавов систем легирования Al-Mn, Al-Mg и Al-Cu-Mg при деформировании и термической обработке;

- развиты теоретические основы повышения технологичности листов из алюминиевых сплавов для деталей автомобильной и аэрокосмической отрасли путём формирования упорядоченной структуры в процессе деформационной и термической обработки;

- научно обоснованы закономерности и механизмы структурообразования при технологическом переделе деформируемых алюминиевых сплавов, зависимости технологических свойств листов из алюминиевых сплавов от химического состава, размера зерна, однородности зёрненной структуры, фазового состава и распределения фаз, кристаллографической текстуры, структурной энтропии.

- уточнены способы количественной оценки размера зерна, разнозернистости, распределения фаз и кристаллографической текстуры, структурной энтропии, применительно к особенностям структуры листов из сплавов, принадлежащих к системам легирования Al-Mn, Al-Mg и Al-Cu-Mg.

В связи с вышеперечисленным, диссертационная работа Носовой Е.А., в которой решается задача формирования в листах алюминиевых сплавов при термической и деформационной обработке упорядоченной структуры для повышения их штампуемости, обладает научной новизной, является актуальной и имеет важное практическое значение для производства листовых штампованных изделий из алюминиевых сплавов.

Анализ содержания диссертации по главам, её завершённость

Диссертация Носовой Е.А. является законченной самостоятельной научно-квалификационной работой, содержание которой соответствует поставленной цели исследования. Сформулированные в работе задачи решены.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка цитируемой литературы и приложения; изложена на 321 странице, включает 161 рисунок, 18 таблиц и список литературы из 305 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы и применения деформационной и термической обработки для обеспечения требуемых технологических свойств в листах из алюминиевых сплавов за счёт формирования упорядоченной структуры. Отражена степень разработанности темы, сформулированы цель и задачи исследований, приведены научная новизна, методология и методы исследования,

положения, выносимые на защиту, теоретическая и практическая значимость работы, достоверность результатов исследований, апробация и объем работы.

В первой главе автором выполнен анализ отечественных и зарубежных литературных источников, посвященных особенностям структуры листов из алюминиевых сплавов и их влиянию на штампуемость. Дано определение штампуемости, охарактеризованы её значение для производства изделий из алюминиевых сплавов, а также способы её оценки для различных операций листовой штамповки. Представлена энтропийная концепция пластичности, в которой показаны структурный подход к описанию свойств деформированного металла, формирование структуры при пластическом деформировании, экспериментально-аналитические методы определения структурной энтропии. Рассмотрено влияние толщины листовых заготовок, химического состава, зёренной структуры, фазового состава и кристаллографической текстуры на штампуемость листов из алюминиевых сплавов. Отмечена роль и достижения отечественных и зарубежных исследователей в повышении штампуемости листов из алюминиевых сплавов за счёт формирования в них требуемой структуры.

Во второй главе соискателем представлена расчётная модель формирования требуемой зеренной структуры, состава и распределения дисперсных фаз, кристаллографической текстуры и структурной энтропии в сплавах систем Al-Mg (AMг5, АМг6, АМг10) и Al-Cu-Mg (Д16). Разработанная расчётная модель процесса статической рекристаллизации показала возможность формирования в листах из алюминиевых сплавов требуемого однородного размера зерна с учётом химического состава сплава, степени деформации, температуры и продолжительности отжига.

Выявлено влияние исходного размера зерна в листах сплавов на размер зерна после рекристаллизации. На основе расчёта энтропии зёренной структуры в процессе рекристаллизации выявлен рост структурной энтропии на этапе первичной рекристаллизации. Проведено сравнение уровня структурной энтропии для двух случаев: затухающей скорости миграции границ зёрен и постоянной скорости роста зёрен. Расчётыным путём установлено формирование в листовых образцах при отжиге наиболее упорядоченной зёренной структуры с минимальным значением энтропии в финале первичной рекристаллизации.

Расчётные значения размеров зёрен сопоставлены с результатами, полученными экспериментально после прокатки и отжига листовых образцов из сплавов АМг6 и Д16. Отклонения между расчётной и моделью и экспериментальными результатами составляют около 7-8%, дано объяснение полученных расхождений.

Установлен преимущественный фазовый состав исследованных алюминиевых сплавов после отжига. Выявлен более крупный размер интерметаллических частиц в отожжённых листах из сплавов марок АМг2, АМг6, АМг10, Д16 по сравнению частицами фаз - упрочнителей в листах из сплавов АМг10 и Д16 после закалки и последующего искусственного и/или естественного старения. Установлена зависимость скорости диффузии магния и меди в алюминии от исходной структуры, с учетом присутствия этих легирующих элементов в составе интерметаллических и упрочняющих фаз.

Отмечается увеличение неоднородности структуры в листах из сплавов Д16 и АМг10 в термоупрочненном по исследованным режимам состояниях за счёт одновременного присутствия зон Гинье-Престона и упрочняющих фаз различного состава, что приводит к получению наибольших значений структурной энтропии за счёт появления соединений Al_2CuMg и Al_2Cu , что способствует увеличению структурной неоднородности.

Большие пластические деформации свыше 20% при холодной прокатке способствуют повышению однородности структуры за счёт формирования преимущественной кристаллографической текстуры $(111)<100>$ при снижении полюсной плотности ориентировок $(100)<100>$ и $(110)<100>$.

В третьей главе представлено описание материалов и методов экспериментальных исследований, выполненных в работе. С учётом особенностей структуры и штампуемости листов из алюминиевых сплавов, применяемых в машиностроении в целом, и для получения слоистых композитов на их основе, в частности, разработана методика для реализации экспериментального исследования.

В четвертой главе представлены результаты влияния холодной деформации и термической обработки на изменение структуры листов из исследованных сплавов.

Установлено влияние температуры отжига на размер зерна, разнозернистость и структурную энтропию в сплавах АМг2 и АМг6.

Установлено влияние степени деформации на размер зерна после рекристаллизации.

Проведён анализ размеров областей когерентного рассеяния и их зависимость от степени холодной деформации и состояния термообработки.

Проведено изучение кристаллографической текстуры сплавов, которое показало, что полюсная плотность одноимённых кристаллографических плоскостей в алюминиевых сплавах с ростом степени холодной деформации зависит от содержания легирующих компонентов в сплаве.

Изучено положение кристаллографических плоскостей в интерметаллических фазах и его изменение в зависимости от степени деформации и исходного состояния сплавов до деформации, что позволило объяснить различие в значениях их микротвёрдости.

Показана обратная корреляция характера изменения структурной энтропии и временного сопротивления при растяжении листов из сплава Д16 в процессе старения, что позволяет определить температурно - временные границы стадий старения листов из сплава Д16 не только по кривым растяжения, но и с помощью оценки структурной энтропии.

На основании диаграмм Парето выявлены факторы структуры, оказывающие наибольшее влияние на структурную энтропию.

В пятой главе рассмотрено влияние структуры и её однородности на штампаемость листов из алюминиевых сплавов. Повышение однородности зёренной структуры, на примере сплавов АМг2 и АМг6, способствует увеличению технологичности сплавов в операциях листовой штамповки.

Установлено, что неоднородность распределения фаз оказывает меньшее влияние на штампаемость по сравнению с составом фаз, формируемым при старении.

Холодная деформация растяжением приводит к увеличению разнотолщины образцов обоих сплавов, при этом разнотолщина более выражена для сплава АМг10 в отожжённом состоянии.

Выявлено немонотонное изменение с ростом степени деформации структурной энтропии после холодной прокатки образцов из сплавов АМг10 и Д16 в закалённом состоянии.

Выявлено влияние величины структурной энтропии на штампаемость на основании сравнения зависимостей структурной энтропии и обобщённого показателя штампаемости.

Установлено пороговое значение толщины фольги при совместной холодной прокатке листов АМг2, ниже которого происходит снижение предлагаемого соискателем показателя штампаемости-«числа текучести» нагартованных и отожженных образцов.

Выявлена зависимость между количеством слоёв в многослойных образцах, структурной энтропией и показателями предельного коэффициента вытяжки.

В заключении представлены основные выводы и результаты работы.

В целом работа изложена технически грамотным языком. Каждая глава содержит важные результаты научных исследований автора и сопровождается развернутыми выводами. Общее оформление работы соответствует требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям.

Степень обоснованности научных положений, выводов, рекомендаций, сформулированных в диссертации

Обоснованность полученных автором результатов работы обеспечена:

- критическим анализом достаточного количества отечественных и зарубежных литературных источников в выбранной автором области;
- применением математического аппарата, адекватного поставленным задачам, а также использованием комплекса современных методов исследования свойств и структуры листов;
- соответствии теоретических расчётов результатам экспериментальных испытаний с высокой степенью достоверности;
- внедрением результатов диссертации в реальном секторе экономики (в приложении к диссертации приведено 5 документов, подтверждающих внедрение в производственных организациях)

Спектр вопросов, затронутый в диссертации (расчётная модель формирования структуры листов из алюминиевых сплавов, экспериментальные исследования механических и технологических испытаний, микроструктуры с использованием оптической металлографии, электронной микроскопии, рентгеноструктурного и рентгеноспектрального анализа) свидетельствуют о достаточно широком научном кругозоре соискателя и комплексном подходе к решаемой в диссертации проблеме.

Научные положения, выводы и рекомендации основаны на применении стандартизованных методик, что позволяет считать их обоснованными и достоверными. Приведённые результаты и выводы диссертации свидетельствуют о достижении поставленной цели и решении сформулированных задач исследования.

Значимость для науки и практики полученных автором результатов

Все научные положения и выводы по результатам диссертации обеспечены глубокой проработкой литературного материала, согласованностью полученных теоретических и экспериментальных данных. Работа выполнена на современном научно-методическом уровне.

Научная новизна работы состоит в следующем:

- в создании научно обоснованных технических и технологических решений в области формирования упорядоченной структуры в листах из алюминиевых сплавов, основанных на полученных закономерностях изменения структурных факторов при пластическом деформировании и

термической обработке, которые обеспечили возможность повышения характеристик штампуемости листов;

- в разработке оригинального метода интерпретации реальной структуры листов из алюминиевых сплавов при помощи структурной энтропии, обеспечивающего количественную оценку влияния химического и фазового состава сплавов, режима и схемы напряжённо-деформированного состояния, исходного состояния листов на их способность к последующему деформированию;

- в установлении снижения структурной энтропии в процессе холодной прокатки, связанного с упорядочиванием структуры, главным образом, за счёт кристаллографической текстуры;

- в обнаружении изменения степени упорядочения структуры на этапе возврата и рекристаллизации за счёт уменьшения энтропии по окончании первичной рекристаллизации и увеличения энтропии на этапе собирательной рекристаллизации;

- в разделении стадий старения и структурных превращений, происходящих на его этапах, с использованием энтропийного подхода и аппроксимации кривых растяжения;

- в установлении взаимосвязи структурных изменений и технологических свойств исследованных листов из алюминиевых сплавов в процессе технологического цикла изготовления деталей методами листовой штамповки.

Теоретическая и практическая значимость исследования заключается в:

- установлении взаимосвязи структурной энтропии с механическими и технологическими свойствами сплавов, позволяющей выявить наиболее значимые особенности структуры, влияющие на штампуемость листов. Разработанная расчетная модель позволяет формировать требуемые структуру и технологические свойства в полуфабрикатах из сплавов систем Al-Mg и Al-Cu-Mg.

- разработке «Способа количественной оценки неоднородности зёрненной структуры листовых металлических материалов», «Способа количественной оценки распределения упрочняющих фаз листовых алюминиевых сплавов» и «Базы данных технологических свойств для слоистых композиционных материалов на основе алюминиевых сплавов АМг2 и 1420»; получении двух патентов РФ на изобретения и одной базы данных.

Практическая значимость работы подтверждается актами об использовании результатов работы, приложенными к диссертации.

Предложенные автором модели и методики являются оригинальными и могут применяться в решении широкого круга научно-технических задач.

Соответствие содержания автореферата основным идеям и выводам диссертации, качество оформления автореферата

Автореферат и опубликованные Носовой Е.А. печатные работы в полном объеме отражают основные положения диссертационной работы, соответствуют её содержанию и задачам исследования, раскрывают положения научной новизны. Автореферат изложен в объеме, достаточном для понимания сути проведенных исследований и оформлен в соответствии с необходимыми требованиями.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты работы Носовой Е.А. могут быть рекомендованы для изучения и использования в научных и образовательных организациях, а также на предприятиях, изготавливающих детали из алюминиевых сплавов методом листовой штамповки.

По выполненной работе следует отметить ряд замечаний:

1. В диссертации автор использует некорректную терминологию, например, «листовые сплавы» (по всему тексту) - вместо листы из сплавов, «нулевая размерность» (стр.121) – применительно к безразмерным показателям, вводит термин «число текучести» (стр.120) при описании показателей технологической пластичности, «зеркальная зависимость» (стр.194, 270) - вместо обратной корреляции, выражения - «потеря текучести», «холодное упрочнение». «Фазами-упрочнителями» принято называть «зоны», когерентные или метастабильные фазы, выделяющиеся из пересыщенного алюминиевого твердого раствора сплавов при низкотемпературном нагреве – старении. Автор называет «фазами-упрочнителями» все избыточные интерметаллические фазы, наблюдаемые в структуре отожженных листов, в том числе выделяющиеся из твердого раствора при высокотемпературном нагреве – отжиге и в процессе охлаждения.

2. В автореферате нарушена нумерация рисунков и встречается 2 рисунка с номером 6. Кроме этого есть несоответствия в автореферате в описании формальных признаков рукописи, таких как количество страниц и цитированных источников.

3. Многими исследователями установлено, что в сплаве Д16 основной фазой-упрочнителем при старении являются модификации фазы «S», а не

«Θ». В формуле присутствующей в сплаве Д16 фазы «Т» автор, видимо, допустил опечатку, указав цинк вместо марганца, появление фазы с цинком в сплаве Д16 маловероятно.

4. При расчете механических свойств листов с учетом фазового состава не учтено присутствие в сплаве значительного количества дисперсоидов-алюминидов марганца (при содержании в сплаве Д16 0,3-0,9%Mn), которые оказывают значительное влияние на технологические свойства листов

5. Практически на всех графиках (рисунках) не указан доверительный интервал.

6. В работе много внимания уделено исследованию показателей пластичности и энтропии листов из сплавов Д16 и АМг10 в термоупрочненном (закаленном и состаренном) состоянии, для которого, как известно, характерна низкая технологическая пластичность, по причине чего листы в этом состоянии в производстве используются не часто, практически только для изготовления деталей незначительной кривизны.

7. Не совсем понятно, из каких соображений были выбраны режимы термической обработки листов (стр. 255, рис.4.28, 5.12, 5.13). Для листов из сплава Д16 режимы закалки и старения давно известны: для некоторых композиций сплава нагрев до 505°C при закалке может привести к пережогу структуры, что видно на рис. 4.46, стр.204. При старении по режимам 50°C, 24 ч и 100°C, 4 ч сплав находится в естественно состаренном состоянии, упрочненный зонами, метастабильные фазы начинают выделяться при температуре старения 150°C, стабильные – при 200°C. Не указаны скорости нагрева и охлаждения при отжиге сплавов, которые оказывают существенное влияние на морфологию и однородность распределение частиц вторых фаз в листах.

Сплав АМг10 больше известен как литейный и практически не используется в виде листов в закаленном и состаренном состоянии.

8. Не достаточно убедителен расчет механических свойств интерметаллических фаз по данным кривых упрочнения при определении механических свойств листов из сплавов Д16 и АМг10 (стр. 131, 133, рис.3.20 и 3.21, стр.194 – 195, табл. 4.2 и 4.3). Предположение автора о равенстве прочности твердого раствора сплава Д16 прочности сплава АМг1 не соответствует имеющимся данным фактических испытаний.

9. Вызывает сомнение приведенные в гл.5 данные о слишком мелком размере зерна в исследованных листах и сильная зависимость показателей штампаемости от размера зерна: в интервале 10-20 мкм для листов из сплава

Д16 и 30-50 мкм для листов из сплава АМг10 (стр.249, рис.5.9 и 5.10). Возможно, на графиках приведен размер субзерна?

10. В работе предложен оригинальный подход объединения комплекса структурно-фазовых характеристик и элементного состава через введение структурной энтропии системы. Выявлены некоторые закономерности изменения энтропии в зависимости от внешнего воздействия на материал. Однако в явном виде не указано, к какому уровню энтропии нужно стремиться для улучшения технологических свойств листов из алюминиевых сплавов.

11. Вывод о формировании кристаллографической текстуры, а также о прохождении рекристаллизации в интерметаллических фазах по анализу изменения интенсивности дифракционных пиков не представляется обоснованным без анализа ориентационных соотношений этих фаз с алюминиевой матрицей, а также с урезанным вариантом анализа кристаллографической текстуры без построения прямых (ППФ) или обратных полюсных фигур (ОПФ) для нескольких внешних направлений. ППФ и ОПФ позволяют оценить характер текстуры и ее наличие в принципе. В случае образца с крупным зерном и/или малым количеством зерен кажущаяся текстура на рентгенограмме может быть вызвана плохой статистикой (малым количеством зерен участвующих в дифракции).

12. Применимость расчета ОКР ограничена размерами не более 100-150 нм (как указано в главе 3, стр. 98), в то время как на многих графиках в главе 4 ОКР существенно выше обозначенной границы. Размер субзерен в алюминиевых сплавах может доходить до единиц или даже десятков мкм, и их нельзя в полной мере оценивать по размеру ОКР, рассчитанного по уширению рентгеновской линии.

13. В работе приведена расчетная модель и результаты экспериментального исследования влияния основных структурных параметров (кристаллографической текстуры, размера зерна, разнозернистости, фазового состава), режимов термической обработки и холодной деформации на структурную энтропию и штампуемость листов из алюминиевых сплавов. Однако не приведен четкий обобщающий вывод о количественных показателях упорядоченной структуры, обеспечивающих повышенную штампуемость листов из сплава Д16 и гаммы сплавов типа АМг.

Было бы желательно также оценить влияние упорядоченной структуры не только на технологические характеристики листов, но и на служебные характеристики изготовленных из них листовых деталей.

Указанные замечания носят уточняющий характер, не влияют на основные теоретические и практические результаты диссертации и не снижают положительную оценку работы.

Заключение

Диссертационная работа Носовой Е.А. является актуальной, полученные результаты можно классифицировать как новые и обоснованные на современном научном уровне, они имеют важное научное и практическое значение, описывают законченный этап исследований. В работе представлен способ решения актуальной задачи, начиная от разработки расчётной модели на основании теоретических знаний, до реализации полученных экспериментальных результатов при изготовлении методом листовой штамповки конечных изделий из алюминиевых сплавов, широко используемых в конструкции современной техники.

Материалы диссертации представлены в виде технически грамотно оформленной структурированной рукописи, автореферат соответствует основному содержанию диссертации. Основные результаты исследований опубликованы в достаточном объёме в научных статьях в рецензируемых изданиях, входящих в Перечень ВАК. Достоверность теоретических исследований полностью подтверждается результатами экспериментальных исследований.

Диссертационная работа соответствует требованиям специальности и пунктам 9, 10, 11, 14 области исследований специальности 2.6.17. Материаловедение (05.16.09 Материаловедение (машиностроение)).

По объёму проведённых исследований, их актуальности, научной новизне и практической значимости, достоверности полученных результатов и качеству оформления представленная диссертационная работа полностью соответствует требованиям пункта 9 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24.09.2013 г., поскольку представляет завершённую научно-квалификационную работу, в которой с применением современных методов и средств решена важная научно-техническая проблема повышения штампуемости листов из алюминиевых сплавов за счёт создания упорядоченной структуры при деформационной и термической обработке, а её автор Носова Екатерина Александровна заслуживает присуждения учёной степени доктора технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Официальный оппонент

заместитель генерального директора по науке

НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ,

Доктор технических наук

специальность 05.16.09 — Материаловедение,

(машиностроение)

 Антипов

Владислав Валерьевич

«16» 09 2022 г.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)

Адрес: 105005 г. Москва, ул. Радио, д.17

E-mail: priem@viam.ru

Телефон: 8(495)263-85-43

Должность, учёную степень, учёное звание и подпись Антипова Владислава Валерьевича удостоверяю

Ученый секретарь «Ученого совета»,
к.т.н., доцент




Свириденко
Анила Сергеевич

«16» 09 2022 г.

Адрес: 105005, Россия, Москва, ул. Радио, д. 17, тел.+7 (499) 261-86-77,
e-mail: admin@viam.ru

Федеральное государственное унитарное предприятие Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» Государственный научный центр Российской Федерации