

УТВЕРЖДАЮ:

Директор ИПСМ РАН,  
Член-корреспондент РАН

\_\_\_\_\_ Р.Р. Мулюков

«17» ноября 2017 г.

### ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

**Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук (ИПСМ РАН)**  
на диссертационную работу Распоиенко Дмитрия Юрьевича «Влияние мегапластической деформации и термической обработки на структуру и свойства высокопрочных стареющих сплавов на основе Al-Li», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

#### Актуальность темы диссертации

Получение и исследование объемных ультрамелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов, т. е. материалов, имеющих нанокристаллическую или субмикроструктурную структуру, остается актуальной задачей современного материаловедения. Согласно данным многочисленных исследований эти материалы обладают комплексом уникальных физических и механических свойств, перспективным для конструкционных и функциональных применений. Имеются обширные экспериментальные данные, доказывающие эффективность применения деформации кручением под давлением, особенно в сочетании с различными термообработками, для повышения комплекса свойств чистых металлов и модельных сплавов, включая алюминиевые, путем создания в них наноструктурного состояния.

Однако для многих сплавов, в том числе высокопрочных стареющих алюминий-литиевых промышленных сплавов последнего поколения, исследования влияния больших деформаций с учетом их различного легирования и возможного старения практически не проводились. Стареющие сплавы на основе системы Al-Li отличаются сложностью и многостадийностью структурных и фазовых превращений в процессе их термообработки. В этих многофазных системах в процессе деформации имеют место сложные взаимодействия дислокаций с фазовыми и структурными неоднородностями: с частицами фаз выделения, элементами субструктуры и др. Понимание процессов фазовых и структурных превращений при экстремальных воздействиях и их влияния на свойства сплавов имеет большое практическое и научное значение.

Не менее важной научной проблемой является исследование стабильности структуры и структурно-зависящих свойств УМЗ материалов, а также выработка путей сохранения полученных уникальных структур и свойств в определенном температурно-временном интервале для их длительного использования.

В этой связи, актуальность диссертационной работы Распоиенко Д.Ю., посвященной комплексному исследованию влияния больших деформаций и последующей термической обработки на структурно-фазовые превращения в многокомпонентных сплавах системы Al-Cu-Li, а также изучению возможности стабилизации полученных структур и свойств, не вызывает сомнений.

### **Структура и содержание работы**

Диссертация изложена на 174 страницах и состоит из общей характеристики работы, 6 глав, заключения и списка цитируемой литературы из 234 наименований.

В **первой главе** представлен литературный обзор, в котором подробно рассматриваются фазовые превращения, реализующиеся при распаде пересыщенных твердых растворов в сплавах системы Al-Cu-Mg и двойных и многокомпонентных сплавах на основе Al-Li. Приводятся литературные данные о процессах формирования УМЗ структур при деформации чистых металлов и сплавов. Особое внимание уделено влиянию больших деформаций на структурные и фазовые превращения в сплавах и эволюции полученных в результате деформации структур при последующих термических обработках и вылеживании. В конце главы сформулированы цель и задачи исследования.

Во **второй главе** приведены составы исследуемых сплавов 1450, В-1469, В-1461, методы и режимы их деформационной и последующей термической обработки, экспериментальные методики исследования микроструктуры и комплекса механических свойств. В работе при исследовании микроструктуры сплавов использованы методы рентгеноструктурного анализа, просвечивающей и растровой электронной микроскопии, для измерения механических свойств использованы методы микро- и наноиндентирования.

**Третья глава** посвящена исследованию влияния деформации на большие степени и последующих термических обработок на структурные и фазовые превращения, происходящие в сплаве 1450, легированном добавками Sc и Mg. Показано, что формируемая при этих обработках структура сплава сильно зависит от величины деформации, характеризуемой числом оборотов при кручении. Так, с увеличением степени деформации структура эволюционирует от развитой ячеистой до нанофрагментированной. Наиболее фрагментированная и однородная структура получается после максимальной деформации на 10 оборотов. При такой деформации наиболее явно выявляются равноосные нанозерна с пониженной дефектностью, соразмерные с нанофрагментами, что свидетельствует о протекании динамической рекристаллизации.

Показано, что постдеформационный низкотемпературный отжиг, при котором в сплаве одновременно реализуются процессы статической рекристаллизации и распада пересыщенного твердого раствора, позволяет получить в легированном сплаве рекристалли-

зованную нанокристаллическую и субмикрокристаллическую структуру. Степень дисперсности и размерная однородность такой структуры определяются режимами деформации и отжига. Образование в легированном сплаве 1450 нанофрагментированной и нанокристаллической, субмикрокристаллической структуры приводит к изменению последовательности распада пересыщенного твердого раствора при старении с выделением высокотемпературных стабильных фаз. Состояние сплава 1450 с нанофрагментированной структурой характеризуется повышенной микротвердостью и пониженной пластичностью по сравнению с состоянием с микрокристаллической структурой. Образование рекристаллизованной ультрамелкозернистой структуры приводит к снижению твердости сплава, что сопровождается повышением пластичности.

В **четвертой главе** приводятся экспериментальные данные о влиянии деформации методом кручения под высоким давлением и последующего отжига на структурные и фазовые превращения в сплаве В-1469 и его свойства.

Показано, что рост степени деформации образцов сопровождается фрагментацией структуры и интенсификацией процесса динамической рекристаллизации. В сплаве В-1469 сразу после деформации обнаружено гетерогенное выделение стабильной фазы  $T_2$ . Твердость и приведенный модуль упругости сплава В-1469 в наноструктурном состоянии, полученном при деформации, выше, чем в микрокристаллическом состоянии, обработанном на максимальную прочность и твердость. При этом средняя величина пластичности снижается.

Установлено, что отжиг после деформации приводит к образованию в сплаве нанокристаллической структуры с наименьшим среди исследованных сплавов средним размером зерен (около 70 нм). Дисперсность и однородность структуры возрастают с увеличением степени деформации. При отжиге происходит увеличение углов разориентировки между нанозернами, сопровождаемое спрямлением границ отдельных зерен. После низкотемпературного отжига характеристики прочности и пластичности в сплаве В-1469 сохраняются на уровне сильнодеформированного состояния.

В **пятой главе** проведен анализ влияния деформации кручением под давлением и последующей термической обработки на структурные и фазовые превращения в сплаве В-1461, и установлена связь структурных состояний сплава с его механическими свойствами.

Показано, что характерной особенностью данного сплава после деформации является наличие полосчатой структуры. Увеличение степени деформации способствует активизации динамической рекристаллизации, увеличению дисперсности структуры и усилению интенсивности протяженного полосчатого контраста. В процессе деформации (или сразу после нее при естественном старении) происходит гетерогенное образование частиц стабильной  $T_2$ -фазы вместо фаз  $\delta'$  и  $T_1$ .

При отжиге в сильнодеформированном сплаве В-1461 происходит статическая рекристаллизация, в результате которой формируется УМЗ структура. Структура отожденно-

го сплава во многом определяется структурными особенностями сильнодеформированного состояния, т.е. обладает структурной наследственностью. Отжиг практически не оказывает влияния на размер и распределение частиц фазы  $T_2$ , но способствует некоторому возрастанию плотности распределения частиц.

Показано, что изменение механических свойств зависит от особенностей наноструктурного состояния сплава. Максимальное упрочнение обеспечивает формирование смешанной (нанофрагментированной + нанокристаллической) структуры. Отжиг сильнодеформированного сплава В-1461 вызывает незначительное понижение твердости, что сопровождается повышением (или сохранением на прежнем уровне) пластичности.

В **шестой главе** проведены исследования влияния длительного вылеживания на стабильность УМЗ структуры и свойств сплавов 1450 и В-1469 после деформации или после деформации и последующего отжига.

Исследования показали, что при длительном вылеживании сильнодеформированного сплава 1450 происходит релаксация накопленных при деформации искажений в результате существенной эволюции структуры. После вылеживания наблюдаются хорошо сформировавшиеся зерна нано- и субмикроскопического масштаба, аналогичные образующимся при отжиге. Обнаружены отличия от структуры отожженного сплава, свидетельствующие о более неравновесном состоянии структуры.

Большой интерес представляют данные, полученные при исследовании сплава после вылеживания в течение 1 месяца и 1,5 лет. Если после относительно малых степеней деформации выделяются дисперсные частицы метастабильной фазы, то после деформации на более высокие степени выделяются стабильные фазы, при этом увеличение продолжительности естественного старения приводит к возрастанию объемной доли этих фаз. Отжиг после деформации повышает стабильность микроструктуры при вылеживании. Аналогичные изменения в структуре при длительном вылеживании происходят и в сплаве В-1469.

В **заключении** кратко сформулированы основные результаты и выводы по работе. Завершается диссертационная работа списком цитированной литературы.

**Личное участие соискателя** в получении результатов: диссертантом лично выполнены структурные исследования методами рентгеновской дифракции, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, проведен анализ и обработка полученных экспериментальных данных. Диссертант принимал непосредственное участие в постановке цели и задач работы, в формулировке заключений и выводов.

**Научная новизна и ценность диссертационной работы** заключается в том, что в ней проведены комплексные исследования влияния деформации на большие степени на структурные и фазовые превращения и свойства многокомпонентных Al-Li сплавов 1450, В-1469 и В-1461. Обнаружено, что формирование в исследованных стареющих сплавах субмикро - или нанокристаллических состояний приводит к изменению схемы и механизма распада пересыщенного твердого раствора при искусственном и естественном старе-



ванная структура, которые он использует для аттестации конкретных структур и механизмов их формирования, не приводя точных критериев для их описания.

3. Чем обусловлен выбор в качестве объектов исследования представленных высоколегированных Al-Li сплавов? Ведь сплавы 1450, В-1469 и В-1461 и при традиционных способах термомеханической обработки показывают высокие прочные свойства, а дополнительная деформация на большие степени лишь усугубит и без того их низкие пластические характеристики.

4. На иллюстрациях и в тексте приводятся такие параметры деформации, как угол кручения ( $\varphi$ ) и число оборотов ( $n$ ). Каким значениям истинной деформации они соответствуют? На рисунке 3.2 приводится ячеистая микроструктура образца, полученная в результате деформации на  $\varphi = 0,5\pi$ , подобные структуры наблюдаются после умеренных деформаций и не характерны для заявленных автором больших (мегапластических) деформаций.

5. В результате деформации кручением под высоким давлением в наковальнях Бриджмена формируется неоднородная структура по диаметру образцов, и конкретный вид наблюдаемой структуры сильно зависит от расположения изучаемых областей. В связи с этим возникает вопрос: для каких точек образца проводились структурные исследования, измерялись механические свойства?

6. Не вполне ясно, как измеряли размер зерен, каким образом нормированы гistogramмы зерен по размерам? Как определяли долю рекристаллизованных зерен?

7. В работе изучается влияние больших деформаций на структуру промышленных сплавов, но при этом исследования проводятся на малогабаритных лабораторных образцах, получаемых при кручении под высоким давлением в наковальнях Бриджмена. Каким образом полученные результаты могут быть применимы на практике в промышленности при изготовлении массивных изделий и полуфабрикатов, в частности, из исследуемых сплавов?

Сформулированные по диссертации замечания не снижают ценности выполненной работы и не влияют на положительную оценку. Представленная диссертация выполнена на высоком научном уровне, обоснованность сформулированных в ней положений и выводов не вызывает сомнений.

**Результаты диссертации могут быть использованы** при подготовке бакалавров, магистров и аспирантов по направлениям, связанным с технологией материалов, при развитии технологий получения алюминиевых сплавов с высокими механическими характеристиками.

**Таким образом,** диссертационная работа Распоиенко Д.Ю. «Влияние мегапластической деформации и термической обработки на структуру и свойства высокопрочных стареющих сплавов на основе Al-Li» является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задач, имеющих значение для развития металловедения и мето-

дов термической обработки сложных гетерофазных систем с ультрамелкозернистой структурой. Диссертация соответствует всем требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатской диссертации, а ее автор Распосиенко Дмитрий Юрьевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертационная работа Распосиенко Д.Ю. «Влияние мегапластической деформации и термической обработки на структуру и свойства высокопрочных стареющих сплавов на основе Al-Li» была обсуждена, и настоящий отзыв был одобрен на научном семинаре Института проблем сверхпластичности металлов РАН (протокол № 8 от 20 октября 2017 года).

Заместитель директора  
по научной работе ИПСМ РАН  
доктор физико-математических наук  
E-mail: aanazarov@imsp.ru

Назаров Айрат Ахметович

Ведущий научный сотрудник  
лаборатории материаловедения  
труднодеформируемых сплавов,  
доктор физико-математических наук  
E-mail: marcel@imsp.ru

Имаев Марсель Фаниревич

15 ноября 2017 г.

Адрес ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, 450001, Республика Башкортостан, г.Уфа, ул. Степана Халтурина, 39, тел.: 8(347)223-64-07, факс: 8(347)282-37-59, e-mail: imsp@imsp.ru

Подписи А.А. Назарова и М.Ф. Имаева удостоверяю:

Начальник отдела кадров

Т.П. Соседкина

*С отзывом ознакомлен  
20.11.2017*

### Сведения о ведущей организации

по отзыву на диссертационную работу Распосиенко Д. Ю. «Влияние мегапластической деформации и термической обработки на структуру и свойства высокопрочных стареющих сплавов на основе Al-Li», по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Полное наименование организации:	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук
Сокращенное наименование организации:	ИПСМ РАН
Почтовый адрес:	450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39
Телефон:	8(347)223-64-07
Факс:	8(347)282-37-59
Электронная почта:	imsp@imsp.ru
Адрес официального сайта в сети «Интернет»:	<a href="http://www.imsp.ru">http://www.imsp.ru</a>

Институт проводит фундаментальные, поисковые и прикладные научные исследования по следующим основным направлениям:

- разработка и исследование конструкционных и функциональных материалов с повышенными механическими и физическими свойствами, в том числе наноструктурных;
- разработка научных основ инновационных технологий изготовления изделий и конструкций, в том числе методами пластического и сверхпластического формообразования
- многомасштабное моделирование процессов получения, пластической деформации и разрушения наноструктурных материалов;
- физическое и расчетное моделирование формообразования кристаллических материалов с использованием эффекта традиционной и низкотемпературной сверхпластичности;
- исследование объемных конфигураций графена и их поведения при приложении внешних воздействий;
- развитие методов получения качественных соединений из разнородных сплавов с помощью сварки давлением, изучение природы формирующихся твердофазных соединений.

Список основных публикаций ИПСМ РАН по теме диссертации Распоиенко Д. Ю. «Влияние мегапластической деформации и термической обработки на структуру и свойства высокопрочных стареющих сплавов на основе Al-Li» по специальности 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов за последние 5 лет:

1. Sitdikov O., Krymskiy S., Markushev M., Avtokratova E., Sakai T. Effect of Heat Treatment on Nanostructuring in High-Strength Aluminum Alloy by Severe Plastic Deformation // *Reviews on Advanced Materials Science*. 2012. V. 31. № 1. P. 62-67.
2. Avtokratova E., Sitdikov O., Markushev M., Mulyukov R. Extraordinary High-Strain Rate Superplasticity of Severely Deformed Al-Mg-Sc-Zr alloy // *Materials Science And Engineering: A*. 2012. V. 538. P. 386-390.
3. Ситдиков О.Ш. Влияние всестороннейковки на формирование мелкозернистой микроструктуры в высокопрочном алюминиевом сплаве // *Письма о материалах*. 2013. Т. 3. № 3 (11). С. 215-220.
4. Автократова Е.В., Ситдиков О.Ш. Структура и сверхпластичность сплава Al-5,8Mg-0,32Sc после обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию и прокатку // *Фундаментальные Проблемы Современного Материаловедения*. 2013. Т. 10. № 1. С. 72-76.
5. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Long-Term Self-Annealing of Copper And Aluminium Processed by High-Pressure Torsion // *Journal Of Materials Science*. 2014. V. 49. № 19. P. 6529-6535.
6. Конькова Т.Н., Миронов С.Ю., Корзников А.В., Мышляев М.М. Влияние низкотемпературного отжига на микроструктуру криогенно деформированной меди // *Физика Твёрдого Тела*. 2014. Т. 56. № 2. С. 235-241.
7. Kawasaki M., Lee H.-J., Langdon T.G., Ahn B., Zhilyaev A.P. Evolution of Hardness in Ultrafine-Grained Metals Processed by High-Pressure Torsion // *Journal of Materials Research and Technology*. 2014. V. 3. № 4. P. 311-318.
8. Васильев Л.С., Корзников А.В. неравновесные кооперативные явления и процессы при интенсивном пластическом деформировании металлов и сплавов. I. Деформационно-индуцированные структурные превращения // *Деформация и разрушение материалов*. 2014. № 3. С. 2-11.
9. Васильев Л.С., Корзников А.В. Неравновесные кооперативные явления и процессы при

интенсивном пластическом деформировании металлов и сплавов. II. Структурно-фазовые превращения в наноструктурированных сплавах // Деформация и разрушение материалов. 2014. № 4. С. 2-9.

10. Васильев Л.С., Корзников А.В. Неравновесные кооперативные явления и процессы при интенсивном пластическом деформировании металлов и сплавов. III. Аномально быстрый массоперенос и связанные с ним структурно-фазовые превращения // Деформация и разрушение материалов. 2014. № 5. С. 14-23.
11. Крымский С.В., Автократова Е.В., Ситдииков О.Ш., Михайловская А.В., Маркушев М.В. Структура алюминиевого сплава Al-Cu-Mg, криопрокатанного с различной степенью // Физика металлов и металловедение. 2015. Т. 116. № 7. С. 714.
12. Avtokratova E., Sitdikov O., Mukhametdinova O., Markushev M., Murty S.V.S.N., Prasad M.J.N.V., Kashyap B.P. Microstructural Evolution in Al-Mg-Sc-Zr Alloy During Severe Plastic Deformation and Annealing // Journal of Alloys and Compounds. 2016. V. 673. P. 182-194.
13. Мухаметдинова О.Э., Гарипова Р.Н., Автократова Е.В., Ситдииков О.Ш. Формирование ультрамелкозернистой структуры в Al-Mg-Sc сплаве 1570 в процессе высокотемпературной всестороннейковки // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2016. Т. 13. № 2. С. 249-256.
14. Ильясов Р.Р., Автократова Е.В., Котов А.Д., Крымский С.В., Маркушев М.В., Михайловская А.В., Ситдииков О.Ш. Влияние предварительной термообработки на структуру и твердость криопрокатанного и отожженного алюминиевого сплава Д16 // Вестник Тамбовского Университета. Серия: Естественные И Технические Науки. 2016. Т. 21. № 3. С. 1033-1037.
15. Крымский С.В., Ильясов Р.Р., Автократова Е.В., Ситдииков О.Ш., Маркушев М.В. Межкристаллитная коррозия криопрокатанного и состаренного алюминиевого сплава Д16 // Физикохимия поверхности и защита материалов. 2017. Т. 53. № 6. С. 646-655.

Ученый секретарь ИПСМ РАН,  
кандидат технических наук

И.М. Сафаров