

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» (НИУ «БелГУ»)



**НИУ
БелГУ**
BELGOROD STATE
UNIVERSITY (BSU)

Победы ул., д. 85, г. Белгород, 308015, e-mail: info@bsu.edu.ru,
тел.: (4722) 30-12-11, факс 30-10-12, Web: http://www.bsu.edu.ru
ОКПО 02079230, ОГРН 1023101664519, ИНН/КПП 3123035312/312301001

21.09.2021 № У-344
№ _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке и
инновациям НИУ «БелГУ»



Репников Н.И.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертационную работу Карповой Жанны Александровны
**«Формирование структуры в сварных соединениях листового проката
алюминиевых сплавов, легированных кальцием»**, представленную на
соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертационной работы

Тема диссертационной работы актуальна, поскольку она посвящена разработке литейного свариваемого алюминиевого сплава на основе доэвтектического сплава Al-Al₄Ca с дополнительным легированием по типу алюминиевого сплава AA7004. Это позволяет получить сплав, который по сравнению со сплавом A356 имеет более высокие показатели предела текучести, временного сопротивления разрушению и пластичности. Кроме того, разработанный сплав является свариваемым с возможностью получения 80% прочности шва методом аргонно-дуговой сварки, что является

уникальным для литейного алюминиевого сплава. Разработанная автором технология термомеханической обработки, которая позволяет получать листы из сплава данного типа методом горячей прокатки и последующего отжига, обеспечивающая получение комплекса свойств, превосходящий таковой у сплава AA7039T1, открывает возможность производства деталей сложной формы, состоящих из литой основы с приваренными к ним элементами из деформированного сплава. Таким образом, можно утверждать, что автор разработала научные основы технологии получения сплавов типа AA7004/AA7039, непредназначенных для получения фасонного литья и гибридных изделий, включающих сварные соединения отливок и деформированных полуфабрикатов. Разработанные автором сплавы обладают способностью к литью, свариваемостью и средней прочностью. Такие сплавы будут востребованы на рынке как замена и/или дополнение к сплаву AA7039.

Кроме того, полученные автором научные результаты вносят определенный вклад в физическое материаловедение алюминиевых сплавов в части фазового состава, прочности, пластичности и механизмов разрушения при растяжении, а также процессах, происходящих при сварке плавлением.

Структура и основное содержание диссертации

Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов, списка публикаций по теме диссертации, а также списка литературы из 126 источников. Работа изложена на 128 страницах, содержит 60 рисунков и 14 таблиц.

Во **введении** приведены актуальность, цели и задачи исследования, сформулированы научная новизна, практическая значимость и основные положения, выносимые на защиту. Представлены сведения о публикациях по результатам исследования, структуре и объему диссертации.

В **первой главе** приведено современное состояние исследований в области сварки высокопрочных деформируемых алюминиевых сплавов и сплавов средней прочности. Показаны системы легирования и методы упрочнения алюминиевых сплавов. Рассмотрены способы сварки конструкций из алюминиевых сплавов. Подробно рассмотрены режимы, область применения и разновидности наиболее универсального способа сварки всех алюминиевых сплавов - дуговой сварки неплавящимся вольфрамовым электродом с присадочным металлом в инертных газах (TIG). Дана оценка свариваемости термически неупрочняемых сплавов Al-Mg, самозакаливаемых сплавов системы Al-Zn-Mg. Приведена краткая информация о свариваемых сплавах системы Al-Zn-Mg с содержанием $\Sigma(\text{Zn}+\text{Mg}) \leq 6\%$. Рассмотрено современное состояние исследований по оценке на свариваемость Al-Zn-Mg сплавов, влияния на нее и механические свойства легирования цирконием и скандием, а также примесей железа и кремния. Описаны основные проблемы, возникающие при сварке среднепрочных алюминиевых сплавов: для сплавов Al-Mg это образование пор в сварных соединениях, для сплавов Al-Zn-Mg это кристаллизационные трещины, холодные и горячие. Несомненным достоинством литературного обзора является детальное описание растворимости водорода в жидком и твердом алюминии, а также его содержание в сварном шве после аргонно-дуговой сварки.

Во **второй главе** приведены составы исследуемых сплавов, лабораторное и аналитическое оборудование, а также детально описаны методики проведения эксперимента.

В **третьей главе** приведены результаты расчетно-экспериментального исследования фазового состава базового сплава Al-Ca-Zn-Mg с добавками Fe, Zr, Sc, в также исследование литой структуры сплава $\text{Al}_4\text{Ca}_4\text{Zn}_2\text{Mg}_{0,6}\text{Fe}_{0,2}\text{Zr}_{0,1}\text{Sc}$. Введения кальций совместно с железом

приводит к ряду эвтектических реакций с образованием фаз $(Al, Zn)_4Ca$, $Al_{10}CaFe_2$, что является чрезвычайно важным, поскольку позволяет сделать вывод о необходимости и возможности увеличения содержания Zn в литейных и деформируемых доэвтектических сплавах Al-Ca, поскольку почти половина его идет на формирование $(Al, Zn)_4Ca$. Второй вывод также имеет большое практическое значение – в производстве литейных и деформируемых доэвтектических сплавов Al-Ca возможно использование алюминия с повышенным содержанием железа, которое образует фазу $Al_{10}CaFe_2$, имеющую круглую форму после отжига, и не образует фазу Al_3Fe с игольчатой формой, что устраняет в значительной степени негативное влияние Fe на пластичность Al-Ca сплавов. Наиболее важным является вывод об упрочнении старении до 110 Нv при гомогенизации этого сплава, содержащего 0.2Zr и 0.1Sc при 300-350°C. Показано экспериментально, что твердый раствор Al содержит 1.5%Zn и 1.5%Mg. То есть, в сплаве с 4%Ca и 4%Zn почти 2.5%Zn уходит на формирование фазы $(Al, Zn)_4Ca$, что сдвигает точку эвтектики до 5.8%Ca при 2.5%Zn. По всей видимости, сплав с 4%Ca и 4%Zn становится эвтектическим.

В четвертой главе приведен анализ литой структуры оптимизированного сплава $Al_{2.5}Ca_{4.0}Zn_{2.5}Mg_{0.2}Zr_{0.1}Sc_{0.5}Fe$. Удалось полностью растворить магний, цирконий и скандий в (Al) при литье, что подтверждено МРСА. Это позволяет получать β' -фазу ($L1_2$) при гомогенизации при 300-350°C. Интересным результатом является установленное экспериментально содержание 2.9%Zn и 2.5%Mg в твердом растворе Al. Таким образом, показано что при использовании эвтектики Al-2.5%Ca содержание Zn может быть повышено до 5.2-5.4%, а содержание Mg можно оставить на уровне 2.5% для того чтобы получить твердый раствор по типу сплава AA7039 или понизить до 1.5%, если потребуется получить твердый раствор, соответствующий сплаву AA7005. Самым интересным

результатом является изменение формы частиц фазы $(Al, Zn)_4Ca$, входящую в состав Al-Ca-Zn эвтектики, со скелетон/иероглифы на частицы продолговатой и округлой формы, выделяющихся по границам ячеек с уменьшением содержания Ca с 4% до 2.5%.

В **пятой главе** рассмотрено формирование структуры и ее влияние на механические свойства сплава $Al_{2,5}Ca_{4,5}Zn_{2,5}Mg_{0,2}Zr_{0,1}Sc_{0,5}Fe$, а также сплавов с содержанием кальция 1,5% и 4% при получении горячекатаного листа. Показано, что для деформированного сплава оптимальное содержание кальция 2.5%, поскольку оно позволяет получить после прокатки и отжига частицы фазы $(Al, Zn)_4Ca$ круглой формы размером менее 3 мкм. Такая структура обеспечивает получение средней прочности при удовлетворительной пластичности за счет сочетания твердорастворного и дисперсионного механизмов упрочнения. Представлены механические свойства листов после различных термомеханических обработок. Проведен анализ тонкой структуры, обнаружены наночастицы фазы $Al_3(Zr, Sc)$ размером 20 нм. Показано, что дополнительная прокатка 2 мм листов приводит к их дополнительному упрочнению.

В **шестой главе** описано формирование структуры сварного шва и технологичность сплава $Al_{2,5}Ca_{4,5}Zn_{2,5}Mg_{0,2}Zr_{0,1}Sc_{0,5}Fe$ при аргодуговой сварке с использованием присадочной проволоки как из основного сплава, так и из сплава СВАМг5. Показано, что сплав с 2.5%Ca демонстрирует высокую свариваемость и хорошие механические свойства сварного шва. Сплавы с 1,5%Ca и 4%Ca склоны к образованию сварочных трещин. Проведен анализ макро- и микроструктуры, построены графики изменения микротвердости вдоль сварного шва как после сварки, так и после стабилизирующего отжига. Показано, что послесварочный отжиг при 350°C повышает твердость сварного шва до 90 Нv при использовании сварочной проволоки из основного материала за счет выделения частиц $Al_3(Zr, Sc)$. Однако, пластичность сварного соединения не превышает 3% из-за

образования практически непрерывных цепочек фазы $(Al, Zn)_4Ca$ с близкой к пластинчатой формы по границам ячеек. Использование Al-Mg присадочной проволоки уменьшает значение предела текучести до величины характерной для отожженного состояния этого сплава, но не увеличивает пластичность, несмотря на устранения сетки фаз $(Al, Zn)_4Ca$ по границам зерен, что, по всей видимости, связано с порами на поверхности сварного шва. Представлены результаты механических испытаний сварных соединений на одноосное растяжение, проведен сравнительный анализ механических свойств с базовым и марочными сплавами 1915, АМг6 и 1565. Установлено, что при комнатной температуре сварной шов характеризуется вязким механизмом разрушения при растяжении. Однако, частицы фазы $(Al, Zn)_4Ca$ и поры облегчают разрушение. Показано, что аргонно-дуговая сварка обеспечивает получение прочности сварного соединения близкого к 80% от предела временного сопротивления разрушению основного материала при использовании послесварочного отжига. Проведен фрактографический анализ изломов, а также рентгеновская компьютерная томография сварных соединений.

Диссертационная работа заканчивается заключением и общими выводами по работе, а также списком используемых источников.

Содержание текста автореферата соответствует содержанию диссертации.

К наиболее значимым результатам диссертационной работы Карповой Ж.А., обуславливающими ее **научную новизну**, относятся:

- Впервые обоснованы концентрации легирующих элементов сплавов на основе системы Al-Ca-Zn-Mg, которые позволяют получать одновременно качественные отливки, деформируемые полуфабрикаты и сварные соединения. Кальций способствует формированию частиц эвтектического происхождения и обеспечивает необходимый уровень технологичности при прокатке и аргонодуговой сварке, а цинк и магний, большая часть которых

входит в алюминиевый твердый раствор при кристаллизации, обеспечивают повышение прочности. Установлено, что 2,5% Ca является оптимальной величиной как для литейных, так и деформируемых сплавов, а также для сварных швов, поскольку обеспечивает возможность получения круглых частиц этой фазы после отжига или горячей прокатки. Показано, что с увеличением содержания кальция увеличивается доля цинка, входящего в фазу $(Al, Zn)_4Ca$. Соответственно, возможно повышение содержания цинка до 5-5.5% с целью получить в матрице 4% Zn и 2,5% Mg.

- Изучено формирование структуры сварных соединений сплавов системы Al-Ca-Zn-Mg-Zr-Sc-(Fe,Si), которая качественно и количественно соответствует литой структуре, где отсутствуют фазы грубой морфологии, поскольку кальций позволяет связать железо и кремний в тройные соединения $(Al_{10}CaFe_2$ и $Al_2CaSi_2)$;

- Установлено, что после отжига сварные соединения, полученные с использованием проволоки основного металла, упрочняются в результате выделения когерентных наночастиц фазы $L1_2$, что приводит к повышению временного сопротивления на 11 %. Модифицирующий эффект циркония и скандия позволяет дополнительно снизить склонность сплавов к горячеломкости в процессе кристаллизации.

Основная практическая значимость работы состоит в том, что:

- предложены составы сплавов Al-Ca-Zn-Mg-Zr-Sc-(Fe,Si), не требующие операций гомогенизации и закалки выше 380 °C, а также допускающие использование для их выплавки алюминия с содержанием железа до 0.6%;

- предложена технология получения листового проката из негомогенизированных слитков сплава Al-Ca-Zn-Mg-Zr-Sc-(Fe,Si), позволяющего получать в отожженных при 350 °C листах временное сопротивление при растяжении не менее 330 МПа, предел текучести не менее 270 МПа и относительное удлинение не менее 4,5 %;

- разработан режим аргонно-дуговой сварки, позволяющий достигать в сварных соединениях сплава Al-Ca-Zn-Mg-Zr-Sc-(Fe,Si) прочности не менее 80% от основного металла (Патент РФ № 2716568);

- разработана и изготовлена сварочная проволока оригинального состава основного металла.

Большое количество экспериментальных результатов и использование взаимно-дополняемых методов исследования с применением современного оборудования и программного обеспечения, а также аргументированность сформулированных выводов диссертации определяет **достоверность и надежность полученных результатов.**

Апробация и публикации основных положений работы

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на **5** российских и международных научных конференциях. По теме диссертации опубликовано **6** работ в изданиях, входящих в перечень ВАК, включая 3 патента. 2 статьи опубликованы в научных изданиях, входящих в базы данных Web of Science (Core Collection)/Scopus.

Диссертационная работа изложена ясно и грамотно, с использованием профессиональной терминологии, хотя в тексте работы имеется ряд грамматических и пунктуационных ошибок и опечаток.

Несмотря на общую положительную оценку, к работе имеется ряд замечаний:

1. Структура диссертационной работы не оптимальна. Разделение на 3-ю и 4-ю главы не обосновано.
2. Интерпретация дисперсных частиц $Al_3(Sc,Zr)$ β' -фазу со структурой $L1_2$ не подтверждается рис.5.6 из диссертации и рис.8 из автореферата, где ясно видно сосуществование когерентных частиц этой фазы, которых меньшинство, с некогерентными частицами β -фазы.

3. Не приведены данные по коррозии под напряжением и расслаивающей коррозии сплавов и сварных швов.
4. В диссертации не обсуждаются причины низкого предела текучести сварных швов, природа которого непонятна.
5. Диссертант позиционирует данный сплав как сплав для обработки ТЗ по классификации международной алюминиевой ассоциации. То есть, как сплав обрабатываемый закалкой с температуры полного растворения Zn и Mg в твердом растворе. Непонятно, как это совместить с максимальной температурой гомогенизационного отжига в 380°C, которая может быть использована, исходя из необходимости предотвратить трансформацию частиц $Al_3(Sc,Zr)$ из когерентной β' -фазы в некогерентную $Al_3(Sc,Zr)$ β -фазу с температурой полного растворения Zn и Mg, которая вроде бы должна быть 410°C, исходя из рис.3.2б. В то же время, стандартной обработкой для сплавов типа AA7039 является T6 со старением при 110-120°C. То есть, литейный и деформируемые сплавы с 2.5%Ca должны быть термически обрабатываемые. Предложенную обработку можно оставить только для деталей, которые планируется сваривать.
6. Не разработан и не исследован сплав с оптимальным химическим составом и оптимальной термической обработкой. Судя по результатам диссертационной работы состав должен быть – Al-2.5%Ca-5%Zn-2.5%Mg-0.1%Zr-0.2Sc

Заключение

Диссертация является завершенной научно-исследовательской работой, а полученные результаты полностью соответствуют поставленным целям и задачам и являются новыми, обоснованными и достоверными.

Диссертационная работа «Формирование структуры в сварных соединениях листового проката алюминиевых сплавов, легированных

кальцием», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, соответствует требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС».

Соискатель Карпова Жанна Александровна заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Диссертационная работа рассмотрена и обсуждена на заседании кафедры материаловедения и нанотехнологий НИУ «БелГУ». На заседании присутствовали 14 человек. Протокол № 1 от 16.09.2021 г.

Кандидат физико-математических наук,

И.о. Заведующего кафедрой Материаловедение и нанотехнологий

 /Тихонова М.С./
(подпись) (Ф.И.О)

Подготовил заключение

Доктор физико-математических наук,

Директор института Материаловедения и инновационных технологий,

Заведующий лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ»,

Профессор кафедры Материаловедение и нанотехнологий НИУ «БелГУ»

 /Кайбышев Р.О./
(подпись) (Ф.И.О)