

## **ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА**

на диссертационную работу Шефера Арсения Андреевича  
«Формирование композиционного материала методом продувки  
гидрогенизированного расплава на основе алюминия кислородом»,  
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по  
специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы

### **Актуальность избранной темы и выполненной работы**

Развитие современной техники требует качественного улучшения технических характеристик машин и механизмов, которое может быть обеспечено в том числе использованием новых конструкционных материалов. Металломатричные дисперсноупрочненные композиты позволяют выйти на принципиально новый уровень эксплуатационных свойств. А наиболее эффективной технологией получения композитов является *in situ*, которая снижает технологический барьер степени измельчения упрочняющей фазы. Для реализации метода *in situ* наиболее предпочтительными представляются литейные процессы получения композитов, так как в жидкофазных процессах химические реакции формируют в матрице равновесные армирующие фазы, термодинамически стабильные, с лучшими межфазными свойствами, свободные от адсорбированных газов. Поэтому именно технологии *in situ* являются наиболее перспективными для получения металломатричных дисперсноупрочненных композитов.

Композиты на базе легких сплавов, армированных частицами, благодаря их высоким антифрикционным характеристикам в сочетании с высокими износостойкостью, несущей способностью, демпфирующими свойствами, малым удельным весом, высокими температурами эксплуатации (до 0,8-0,9 от температуры плавления матриц), являются весьма перспективными материалами для судовых конструкций, вертолетов, нефтедобывающего оборудования, прокатных станков, текстильных станков.

В связи с этим не вызывает сомнения актуальность диссертационной работы А. А. Шефера, посвященная разработке научных основ формирования композиционного материала методом продувки гидрогенизированного расплава на основе алюминия кислородом.

### **Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы**

Представленная диссертационная работа выполнена на высоком научно-техническом уровне, обоснованность и достоверность полученных результатов и выводов подтверждается большим объемом и воспроизводимостью полученных экспериментальных данных, их соответствием результатам теоретических расчетов, применением комплекса современных методов электронного анализа для тонкого исследования микроструктуры, химического состава полученных алюмоматричных композитов, определения их физических, механических и коррозионных свойств,

сопоставлением полученных результатов с существующими литературными данными, результатами практической апробации некоторых изделий.

### **Научная новизна полученных результатов, выводов, сформулированных в диссертации**

Впервые показано, что формирование плотной структуры композиционного материала, получаемого взаимодействием алюминиевого расплава с кислородом, может быть достигнуто только при разрушении оксидных пузырей не в объёме, а на зеркале расплава. Предложен механизм формирования композиционного материала, сущность которого заключается в выносе растворенного водорода на зеркало расплава на поверхности кислородных пузырей при продувке, с последующим его горением в атмосфере печи, что приводит к разрушению оксидной плёнки на поверхности пузырей в результате образования газообразных субоксидов алюминия при температуре выше 980 °С, и конвективным распределением оксидных включений в объёме расплава. Проведено теоретическое и экспериментальное обоснование использования сплава системы Al–Si–Fe в качестве основы для композиционного материала, поскольку оксидная пленка на нем обладает минимальной прочностью. В композите установлено значительное измельчение интерметаллидов и кремния, а также субзерен твердого раствора, связанное с наличием в структуре значительного количества (около 5 %) дисперсных частиц оксида алюминия размером 150–300 нм. Композит демонстрирует повышение предела текучести более чем на 50 % от исходного сплава, а также хрупкий характер разрушения, что связано со значительным количеством в структуре оксидных включений, блокирующих зёрнограничное проскальзывание. Продемонстрировано, что решение проблемы водородной пористости алюминиевых сплавов может состоять не в снижении доли оксидных включений в расплаве, а наоборот, в значительном увеличении их поверхности, благодаря формированию на них адсорбированного слоя водорода.

### **Теоретическая и практическая значимость работы**

Предложен новый метод получения литого композиционного материала *in situ*, экспериментально подтверждена гипотеза его формирования. Исследованы механические свойства и коррозионная стойкость литого композиционного материала на основе сплава системы Al–Si–Fe, насыщенного включениями оксида алюминия. Показано, что композиционный материал обладает пределом текучести, в 1,5 – 2 раза превышающим предел текучести исходного сплава, и коррозионной стойкостью, близкой к чистым по железу алюминиевым сплавам. Предлагается использовать композит как коррозионностойкую и высокопрочную альтернативу сплавам с высоким содержанием железа, используемым для литья под давлением. Апробация технологии получения композиционного материала проведена в ОАО КУЛЗ (г. Каменск–Уральский) и в ООО УралЦветЛит (г. Каменск–Уральский), где позволила полностью ликвидировать брак по гидроплотности отливки «Головка соединительная рукавная напорная ГР–150».

Автореферат полно отражает материал, представленный в диссертации. Работа обладает внутренним единством. Тема отвечает заявленной научной специальности, а результаты соответствуют поставленной цели и задачам.

Результаты диссертационной работы в достаточной степени апробированы, докладывались и обсуждались на 4 международных конференциях. Основные научные результаты диссертации опубликованы в 10 научных работах, включая 7 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ, и 6 публикаций в изданиях, включенных в базы данных Scopus, а также одного патента РФ на изобретение.

### **Замечания по диссертационной работе**

Несмотря на высокий уровень проведенных исследований, к диссертационной работе имеется ряд замечаний:

1. В работе отсутствует рентгеновское определение фаз, входящих в состав алюминиевого композита, дисперсно упрочненного частицами оксида алюминия. Т.к. определяемое автором содержание оксида алюминия составляет около 5 мас.%, на рентгеновской дифрактограмме должны быть отмечены рефлексы, соответствующие какой-либо модификации оксида алюминия. В этом случае рассуждения о возможном переходе  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  на странице 44 были бы более оправданны. Заявленный в качестве одного из методов исследования состава композитов дифракционный анализ в обратно отраженных электронах (EBSD) помог бы однозначно определить фазовый состав оксидного включения, а также показать изменение размера и ориентации кристаллитов до и после термообработки. В том случае, когда размер включения слишком мал для РФА определения, его можно идентифицировать при помощи спектроскопии комбинационного рассеяния света, как это сделано в работе Yolshina Liudmila A.; Kvashnichev Aleksander G.; Vichuzhanin Dmitrii I.; Smirnova Evgeniya O. Mechanical and Thermal Properties of Aluminum Matrix Composites Reinforced by In Situ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Nanoparticles Fabricated via Direct Chemical Reaction in Molten Salts//Appl. Sci. 2022, Volume 12, Issue 17, 8907. <https://doi.org/10.3390/app12178907/>.

2. Примененная для продувки фурма из кварцевого стекла может быть как источником избыточного кремния, который в количестве 0.2 % экспериментально наблюдается в работе, так и мелкодисперсного оксида алюминия в алюминиевой матрице вследствие алюмотермической реакции восстановления оксида кремния расплавленным алюминием. Кварц (оксид кремния) не является индифферентным по отношению к алюминиевому расплаву и никогда практически не используется в таком контакте. «Согласно данным [196], смачивания в системе кварцевое стекло – алюминиевый сплав в исследуемом температурном диапазоне не происходит» с.86. Да, там происходит активное взаимодействие.

3. Приведенные на странице 44 реакции стадийного образования оксида алюминия через образование промежуточных субоксидов могут быть термодинамически рассчитаны, но определение рентгеноструктурным анализом вряд ли возможно, т.к. все субоксиды алюминия газы. Необходимо указать, при каких

температурах это происходит. При этом приводится ссылка на статью 1973 года, хотелось бы иметь более свежие экспериментальные данные.

4. При какой температуре рассчитано выделение тепла в уравнении (3.17)? Уравнение реакции (2.6) не дописано. Сделан ли термодинамический расчет по полному уравнению реакции?

5. Как можно объяснить столь низкие концентрации кислорода в различных точках шлифа на рисунке 2.8, отраженные в таблице 2.9? Кислород в количестве 1-2 мас. % всегда определяется на энергодисперсионных спектрах как на чистом алюминии, так и на всех его сплавах. Нет ли такой возможности, что операторы спутали оксидную пленку с трещиной, тогда это становится понятным и объяснимым.

6. В работе много говорится о том, что вышеприведенный способ позволяет понизить пористость отливок, однако, нигде не определена и не приведена пористость отливок как исходного сплава, так и композита. Также не приведено исследование однородности распределения оксидных включений в металлической отливке, как по высоте, так и в поперечном сечении.

7. Автор пишет: «Механические свойства сплава также повысились, но причиной этого являются не дисперсные частицы оксида, а оксидные «острова» средним размером 200 мкм, состоящие из оксидных плен (с. 57)». Во всей доступной мировой литературе упрочняющими считаются мелкодисперсные частицы оксида алюминия.

8. Поясните высказывание на странице 56: «Эти оксидные частицы, как видно по результатам SEM с EDS (рисунок 2.7, таблица 2.8), имеют характерный размер 5  $\mu\text{m}$  и толщину 0,1 – 0,5  $\mu\text{m}$ , и по соотношению алюминия и кремния близки к химическому составу сплава»?

9. Раздел 2.3.3 «Дифракция обратно рассеянных электронов», так же как 2.3.5 «Рентгеновская дифрактометрия» являются избыточными, т.к. исследования этими методами не проводились. «Фазовый анализ образцов, проведенных с использованием рентгеновского дифрактометра «BrukerD8 Advance» (стр.82).» При этом на рисунке 3.14, на которые ссылается при этом автор, приведены данные сканирующей электронной микроскопии. В таблице 3.12 пропущены единицы измерения.

10. «Прирост температуры при добавке 1 г гидрида титана на 490 г расплава составит 48,6 °С. Этот прирост происходит непосредственно при вводе гидрида титана» - 94 С. Каким будет прирост температуры при крупномасштабном производстве композитов? Не будет ли происходить чрезмерный перегрев алюминиевого расплава и, как следствие, большой унос алюминия.

11. Коррозионная стойкость сплава и композита определена некорректно, по результатам измерения двух образцов, в то время, как минимальная партия для коррозионных исследований составляет не менее 3 образцов. Кроме того, мерой коррозионной стойкости является не убыль массы образцов, а убыль массы образцов, приведенная к общей площади образца и времени коррозионного испытания, т.е. скорость гравиметрической коррозии.

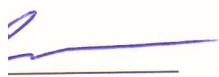
## Заключение

Однако указанные замечания не могут заметно снизить заметно ценность и значимость диссертационной работы Шефера А.А. Она является законченным исследованием, выполненном на высоком научном уровне, содержит новые важные теоретические и экспериментальные данные, выводы по результатам работы обоснованы, автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа Шефера А.А. является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи создания технологических основ нового способа получения композиционных материалов методом продувки гидрогенизированного расплава на основе алюминия кислородом, имеющей значение для развития технологии композиционных материалов. Диссертация соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней в ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Шефер Арсений Андреевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Автор отзыва дает согласие на обработку персональных данных.

Официальный оппонент, заведующий лабораторией химических источников тока Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук, доктор химических наук (2.6.9. Технология электрохимических процессов и защита от коррозии).



Елшина Людмила Августовна

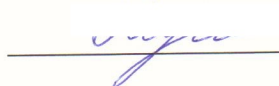
Тел. (912) 649-55-32. E-mail: [yelshina@ihte.uran.ru](mailto:yelshina@ihte.uran.ru).  
620066, г. Екатеринбург, ул. Академическая, 20.



08 июня 2023 г.

Подпись Л. А. Елшиной удостоверяю.  
Ученый секретарь Института

К.х.н.



Кодинцева А.О.