

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Аккужина Нургиза Даяновича «Повышение прочностных свойств композиционного материала на основе системы Al-Al₂O₃-Al₄C₃, получаемого из порошка алюминия ПАП-2», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 - Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы диссертации

Алюминиевые сплавы и композитные материалы на их основе широко применяются в авиации, ракетно-космической технике и автотранспорте, т.к. сочетают в себе низкую плотность, высокую прочность и технологичность. Технология литейных алюминиевых сплавов сопряжена с большими потерями материала в облой, наличием сегрегации примесей, что может сильно ухудшить прочностные показатели, трудностью ввода дисперсных добавок и их распределения в структуре материала, необходимостью дополнительной термообработки для проведения дисперсионного упрочнения. Поэтому в ряде случаев предпочтительным методом создания высокопрочных алюминиевых сплавов является порошковая технология. Введение в матрицу на основе алюминиевого порошка упрочняющих наночастиц открывает новые возможности для повышения прочностных характеристик получаемого материала. Однако реализация потенциальных возможностей от введения наночастиц также затруднена сложностью равномерного их распределения по объему матрицы и существенной агрегацией, что снижает возможный эффект упрочнения композита.

В связи с этим наиболее эффективно нанодисперсное упрочнение реализуется по принципу «in-situ», когда упрочняющие равномерно распределенные наночастицы формируются в объеме матрицы вследствие протекания каких-либо физико-химических процессов. Именно такой подход реализован автором диссертации для получения композиционного материала на основе системы Al-Al₂O₃-Al₄C₃ из высокодисперсного порошка алюминия марки ПАП-2. Однако и в этом случае возникают проблемы, требующие решения. Поэтому представленная диссертация, посвященная исследованию влияния ряда факторов на формирование свойств дисперсно-упрочненного КМ из порошка ПАП-2 и разработка на его основе рекомендаций по повышению прочностных свойств, представляется актуальной как с научной, так и с практической точек зрения.

Общая характеристика работы

Диссертация состоит из введения, 4 глав, общих выводов и списка литературы, включающего 107 наименований. Изложена на 122 страницах, содержит 47 рисунков, 18 таблиц и приложение.

Как следует из литературного обзора, представленная работа является продолжением и развитием исследований кафедры МиТОМ МАИ, выполненных в течение последних 15 лет. Были успешно защищены 2 кандидатские и 1 докторская диссертации.

Основным исходным порошком во всех работах являлся промышленно выпускаемый высокодисперсный порошок алюминия ПАП-2, который ранее не использовался для получения изделий методами порошковой металлургии из-за низких технологических свойств. В результате исследований удалось решить часть проблем при работе с данным порошком, предложить методы гранулирования, варианты спекания, оценить свойства получаемых алюмоматричных КМ. Также было установлено, что наличие защитной пленки стеарина на частицах порошка ПАП-2 в состоянии поставки, с одной стороны, сильно ухудшает его формуемость, а с другой, способствует синтезу «in-situ» наноразмерных включений карбида алюминия Al_4C_3 , дополнительно упрочняющих матрицу.

Поэтому представленная работа является логичным продолжением исследований и направлена на устранение противоречия между положительным и отрицательным влиянием стеарина в порошке и обеспечение дальнейшего повышения прочностных свойств композиционного материала $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$.

В качестве основного метода улучшения технологических свойств исходного порошка автор использовал его конгломерирование за счет термообработки. Были предложены 3 варианта термообработки, предполагающие различную степень удаления стеарина из объема порошка, и изучены свойства полученных порошков и спеченных из них материалов.

Полное удаление стеарина обеспечивалось отжигом исходного порошка ПАП-2 на воздухе при температуре $350^{\circ}C$, а последующая термообработка при $600 - 650^{\circ}C$ в вакууме способствовала объединению дисперсных частиц в более крупные агломераты с соответствующим улучшением технологических свойств порошка (насыпной массы, текучести, прессуемости).

Другой вариант, напротив, несмотря на плохую формуемость, предполагал прессование заготовок непосредственно из исходного порошка и их отжиг в вакууме при нагреве до температур $\sim 630^{\circ}C$ для разложения стеарина, минуя отжиг стеарина на воздухе.

Третий вариант - отжиг исходного порошка ПАП-2 и прессовок разной плотности в вакууме, варьируя температуру и время отжига, с последующей их растиркой в порошок с различной степенью разложения стеарина. Он должен был стать компромиссом для предыдущих двух вариантов.

Прессуемость порошков, полученных в результате термообработки, оценивали в рамках теории М.Ю.Бальшина. Для этого использовали установку TIRATEST -2300 в режиме непрерывной записи показаний и специально разработанную программу расчета и построения графиков.

Из полученных порошков изготавливали образцы для испытания на трехточечный изгиб и некоторые другие свойства.

Установлено, что по первому варианту термообработки наибольшая прочность материала при изгибе ($300-320$ МПа) достигается при спекании как на воздухе, так и в вакууме. Этому соответствует получение максимальной плотности материала ($2,54$ г/см³).

По второму варианту термообработки спеченный материал, полученный в условиях вакуума из исходного порошка ПАП-2, содержащего стеарин, показал значительно более высокие прочностные свойства (425 ± 32 МПа) при плотности $\sim 2,63$ г/см³.

Обеспечить удовлетворительную формуемость порошка и сохранить достигнутый уровень прочности спеченных образцов должен был компромиссный 3 вариант (частичный отжиг в вакууме). Такие порошки автором работы были получены, оценена их формуемость, изготовлены и испытаны образцы на изгиб. Предложенный вариант решил проблему формуемости. Однако в результате было установлено, что прочность при изгибе в среднем не превышает 360 МПа, что существенно меньше прочности по вариант 2.

Тем не менее, полученный отрицательный результат позволил автору работы установить очень важный факт. Было показано, что стеарин играет важнейшую роль в обеспечении повышенных свойств спеченного материала, и любые его потери, в том числе, за счет разложения при промежуточных отжигах снижают уровень этих свойств. Для получения высоких свойств необходимо так вести процесс нагрева прессовок, чтобы сохранить максимальное количество стеарина до температур порядка 600°C, когда на наноуровне «in situ» начинает активно образовываться карбид алюминия.

Установление факторов, влияющих на формирование повышенных прочностных свойств спеченных материалов из порошка ПАП-2 в итоге позволило автору получить порошки с хорошей формуемостью, позволяющие без расслоения прессовать заготовки при давлениях до 1000 МПа. После отжига стеарина при 630°C, 1 час образцы не имели дефектов, которые могли бы возникнуть из-за дегазации. Высокая исходная плотность таких прессовок, тормозящая процессы дегазации при низких температурах, создаёт условия для максимально эффективного карбидообразования.

В результате на спеченном материале Al-Al₂O₃-Al₄C₃ достигнут предел прочности, равный 350 МПа, и прочность при изгибе – 700 МПа, что существенно превышает максимальные значения, полученные ранее (соответственно 300 и 450 МПа).

Структурные исследования, выполнение в работе, свидетельствуют о том, что предложенная технологическая схема обеспечивает практически 100% уплотнение материала. Показано, что полученный композиционный материал является анизотропным и имеет слоистое строение, в котором наноразмерные слои алюминия (до 500 нм) чередуются со слоями равномерно распределенных наноразмерных включений Al₂O₃ и Al₄C₃.

РЭМ-структуры доказывают, что формирование наноразмерных упрочняющих включений (менее 100 нм) в режиме «in situ» позволяет получать высокую равномерность их распределения в алюминиевой матрице.

Методом РФА установлено, что увеличение времени изотермической выдержки при температуре спекания (650°C) приводит к постепенному возрастанию количества как карбидной, так и оксидной фазы.

Таким образом, показано, что дисперсионное упрочнение алюминиевой матрицы обеспечивается за счет наноразмерных частиц разной природы: алюмокарбидных

кристаллов и сфероидизированных фрагментов пленки Al_2O_3 , эффективно тормозящих движение дислокаций при нагружении.

Научная новизна сформулирована автором работы достаточно полно. Обобщая пункты новизны можно утверждать, что в диссертации установлено определяющее влияние защитной пленки стеарина на процессы прессования порошка ПАП-2 и формирование повышенных прочностных свойств КМ на его основе. Установлено, что эффективность упрочнения КМ зависит от количества углерода, сохраняющегося к началу синтеза карбида на поверхности частиц алюминия при температуре 630 – 650 °С.

Практическая значимость состоит в разработке рекомендации по совершенствованию существующей экспериментальной технологии спекания алюминиевого порошка ПАП-2, обеспечивающей повышение прочностных характеристик композиционного материала $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$ за счет наибольшей эффективности карбидообразования, основанные на учете скорости газовой выделении при разложении стеарина, массы загрузки и производительности вакуумной системы. Это позволило достичь на спеченном материале $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$ предел прочности, равный 350 МПа, и прочность при изгибе ~ 700 МПа, что превышает ранее достигнутые значения соответственно на ~50 и ~35%, а также прочность материалов САП-1 и САП-2, полученных в условиях значительной деформации.

Достоверность полученных результатов диссертационной работы основана на использовании современного прецизионного оборудования, аттестованных методиках исследования, взаимодополняющих методов анализа и статистической обработки результатов исследований.

Замечания

1. В работе нет информации как контролируется количество стеарина с целью получения нужной концентрации Al_4C_3 , Al_2O_3 , а также влияния примесей в исходном порошке и влажности воздуха на степень окисления порошка и механизм разложения стеарина.

2. К недостатку работы следует отнести отсутствие термодинамического анализа процессов, происходящих при образовании карбидной и оксидной упрочняющих фаз.

3. В диссертации нет сравнения технологической эффективности предлагаемого способа получения композита со способами получения материалов, например, типа САП-4 и ему подобных (с повышенным содержанием тугоплавкой фазы).

4. Автор работы, рассматривая механизмы активирования припекания частиц алюминия, не раскрывает их полностью. Следовало бы проанализировать поэтапно, как происходит эволюция структуры чешуек алюминия, которые представляют собой многослойный материал (стеарин-нанопленка оксида алюминия - алюминий).

5. Недостатком работы можно считать то, что исследование было проведено только на одном типе матрицы.

В целом, несмотря на сделанные замечания, цель и задачи, намеченные в начале работы, автором успешно выполнены.

Заключение

Представленная диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и представляет собой законченную научно - квалификационную работу, в которой изложены научно обоснованные технические и технологические решения по повышению эффективности карбидообразования и прочностных свойств композиционного материала на основе системы Al-Al₂O₃-Al₄C₃, получаемого из порошка алюминия ПАП-2.

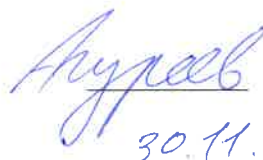
Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 8 научно-технических конференциях, опубликованы в 10 печатных работах, в том числе 2 статьи в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК. Результаты диссертационной работы могут быть использованы в области авиации, ракетно-космической техники и автотранспорта.

Автореферат и опубликованные работы полностью отражают содержание диссертации.

По научному уровню, полученным результатам, содержанию и оформлению представленная диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п.п. 9-14 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденном Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а ее автор Аккужин Нургиз Даянович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 - Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Агуреев Леонид Евгеньевич,

старший научный сотрудник отдела нанотехнологий
Акционерного общества Государственный научный центр
Российской Федерации «Исследовательский центр
имени М.В. Келдыша», к.т.н.

 Агуреев Л.Е.
30.11.2021

Подпись Агуреева Леонида Евгеньевича удостоверяю,

учёный секретарь,
Акционерного общества Государственный научный центр
Российской Федерации «Исследовательский центр
имени М.В. Келдыша», к.в.н.





Смирнов Ю.Л.

Онежская ул., д. 8, Москва, Россия, 125438.
Акционерное общество Государственный научный центр
Российской Федерации «Исследовательский центр имени М.В. Келдыша»,
+7 (495) 456-80-83, nanocentre@kerc.msk.ru