

ОТЗЫВ

официального оппонента о диссертационной работе Иванова Дмитрия Алексеевича на тему «Физико-химические закономерности процессов получения композиционных материалов на основе высокодисперсного алюминиевого порошка ПАП-2», представленной на соискание учёной степени доктора технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность работы

Развитие и совершенствование современных машин и механизмов предъявляют всё более жесткие требования к эксплуатационным характеристикам применяемых материалов. Во многих случаях удовлетворить комплекс требований способны только композиционные материалы (КМ). Значительный интерес представляют легкие алюмоматричные КМ, разработке и производству которых, в том числе, методами порошковой металлургии, уделяется большое внимание.

На протяжении ряда лет в МАТИ, с 2015 года – МАИ, с участием автора разрабатываются различные методы экономичного получения алюмоматричных КМ из промышленного алюминиевого порошка ПАП-2, состоящего из частиц наноразмерной толщины, базирующиеся как на реакционном спекании в режиме фильтрационного горения на воздухе, так и на спекании (твердофазном и жидкофазном) порошковых заготовок в вакууме. Наличие на поверхности наноразмерной плёнки оксида алюминия делают пудру исключительно интересным материалом для создания новых нанослоистых дисперсно-упрочненных КМ в системе Al – Al₂O₃. Ранее пудра не использовалась в традиционных процессах порошковой металлургии из-за крайне низких технологических свойств, главным из которых было отсутствие формуемости. Важным является факт большого объёма промышленного производства данного порошка, что делает его достаточно дешёвым.

На примере пудры ПАП-2 была показана принципиальная возможность получения из высокодисперсных порошков новых нанослоистых дисперсно-упрочненных КМ системы Al – Al₂O₃, а также пористой алюмооксидной керамики. Однако, для практической реализации предлагаемых решений необходимо решить ряд значимых научных и технических вопросов.

Диссертационная работа Иванова Д.А., посвящена разработке одного из важных направлений повышения характеристик новых алюмоматричных КМ материалов за счет

использования высокодисперсного порошка ПАП-2. При получении этого материала одновременно протекают экзотермические гетерогенные реакции, сложные процессы фазо- и структурообразования, на которые накладывается сдвиговая деформация формирующихся зерен продукта, что обеспечивает получение уникальной структуры и свойств полученной в диссертации керамики. В связи с вышесказанным актуальность работы Иванова ДА. не вызывает сомнений. Она подтверждается выполнением её в рамках базовой части государственного задания вузам № 11.7568.2017/Б4.

Общая характеристика работы

Для решения поставленных задач в работе автором был использован широкий спектр современного технологического и исследовательского оборудования, разнообразные методики исследования. Так, при изучении свойств порошков и структуры получаемых материалов использовали Micromeritics Tristar 3000 (США), Spectrometer DT 1200 (Англия), Fritch Particle Sizer' analysette 22 (Германия), дифференциальный сканирующий калориметр DSC404F3 NETZSCH *Pegasus* (Германия), дифрактометры ДРОН – 4 (Россия) и ARLXTRA (Швейцария), растровый электронный микроскоп Nova NanoSem 650 (США) с использованием системы EDAX., просвечивающий электронный микроскоп EM – 301 (Нидерланды), TIRATEST – 2300 (Германия) и ИР 5082 – 100 (Россия) и некоторые другие приборы. Всего использовано около 15 единиц современного высокотехнологичного оборудования.

Исходным материалом в работе явилась высокодисперсная алюминиевая пудра марки ПАП-2. В работе на базе этого материала предложено и исследовано два направления получения новых КМ:

1. Получение керамико-металлических и керамических материалов в системе Al-Al₂O₃ методом реакционного спекания порошковых заготовок из ПАП-2 на воздухе в режиме фильтрационного горения;

2. Получение дисперсноупрочненных КМ с использованием вакуумного спекания.

В экспериментальной части работы автором детально изучены структура и свойства исходного порошка, установлено влияние его обработки на воздухе и в вакууме. В результате были решены проблемы низких технологических свойств. Модифицированные порошки, сохранившие высокую дисперсность, уже сами по себе представляют определенную ценность для различных областей использования из-за высокой активности. В результате впервые разработаны физико-химические и научно-

технологические основы экономичной и универсальной технологии, позволяющей получать новые нанослоистые алюмоматричные дисперсно-упрочненные и волоконно-армированные композиционные материалы с повышенными физико-механическими свойствами, а также высокопористую керамику на основе Al_2O_3 , при использовании в качестве исходного сырья промышленно производимого высокодисперсного алюминиевого порошка ПАП – 2 с чешуйчатой формой частиц субмикронной толщины.

Работа содержит большой объем иллюстративного материала: графики, поясняющие схемы и фотографии оснастки. Особо следует отметить прекрасно выполненные микроструктурные исследования на электронных микроскопах и результаты рентгенофазовых анализов, доказывающих основные выводы по диссертации.

Научная новизна работы

В работе впервые показана принципиальная возможность получения новых нанослоистых алюмоматричных дисперсно-упрочненных КМ из промышленного высокодисперсного алюминиевого порошка ПАП – 2, перспективных для применения их в качестве конструкционных, жаропрочных и функциональных материалов.:

1. Установлены закономерности изменения свойств порошка ПАП-2 при термообработке порошка на воздухе и в вакууме, позволившие значительно улучшить его технологические свойства и обеспечившие возможность применения традиционных методов порошковой металлургии для получения из него заготовок и деталей;

2. Показано, что использование порошка ПАП-2 после термообработки в режиме «воздух-вакуум», прессования и спекания в вакууме ($600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 час), обеспечивает получение нанослоистого дисперсно-упрочненного КМ, в объеме слоев которого содержатся равномерно распределенные наночастицы γAl_2O_3 ;

3. Установлено, что реакционное спекание в режиме фильтрационного горения порошковых заготовок на воздухе, обеспечивает получение нанослоистого композиционного материала (кермета $Al - Al_2O_3$) с возможностью варьирования содержания оксида алюминия до 40 об %.

4. Установлено, что нагрев и выдержка в вакууме ($630\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 час) порошковых заготовок из ПАП-2, содержащих стеарин, обеспечивает его термическое разложение с формированием углеродного остатка в поверхностных слоях чешуйчатых алюминиевых частиц с последующим синтезом карбида алюминия.

Степень обоснованности и достоверности научного положения, выводов и заключения соискателя, сформулированных в диссертации

Достоверность результатов и выводов диссертации обеспечена использованием современных методов исследования, поверенного высокоточного современного оборудования и подтверждается воспроизводимостью полученных экспериментальных данных.

Интерпретация полученных экспериментальных зависимостей и трактовка предложенных теоретических положений не противоречат классическим научным представлениям, принятым в материаловедении и технологии композиционных материалов.

Практическая значимость работы

Практическая значимость работы состоит в разработке следующих основных технологий:

- технологии получения новых нанослоистых алюмоматричных дисперсно-упрочненных и волоконно-армированных КМ, а также высокопористой керамики на основе Al_2O_3 при использовании в качестве исходного сырья порошка марки ПАП – 2:

- кермета Al – Al_2O_3 путем реакционного спекания в режиме фильтрационного горения и обычного твердофазного спекания на воздухе порошковых заготовок из ПАП – 2 при варьировании алюмооксидной фазы от 5 до 40 об %. Материал предназначен для использования в качестве износостойких и уплотнительных элементов, а также абразивного инструмента;

- алюмоматричных нанослоистых дисперсно-упрочненных (частицами γ (δ) – Al_2O_3 и Al_4C_3) КМ спеканием порошковых заготовок из ПАП - 2 в вакууме для использования их в качестве легких ($2,6 \text{ г/см}^3$) и жаропрочных (до $500 \text{ }^\circ\text{C}$) элементов конструкций, а также триботехнических изделий;

- легкого ударопрочного алюмоматричного нанослоистого КМ Al- Al_2O_3 (матрица – сталь (волокно), в объеме которого содержатся в качестве армирующего компонента волокна аустенитной стали 08X17H13M2. Данный материал прошел испытание в качестве элемента в экспериментальном бронемодуле и показал перспективность данной разработки;

– высокопористой (пористость = 30 – 90%,) керамики на основе Al_2O_3 путем спекания на воздухе порошковых заготовок, содержащих ПАП-2, для применения в качестве термостойких элементов конструкций, высокотемпературной теплоизоляции.

Разработана методика и устройство для определения термостойкости керамики конструкционного назначения, что позволило существенно повысить точность оценки данной характеристики. Разработанный способ и устройство были внедрены в лабораторный практикум по специальной дисциплине на кафедре МиТОМ МАИ.

На способы получения новых материалов получено 13 патентов РФ.

Уровень свойств, достигнутый на спеченных материалах, а также экономичность технологии их получения, делает их конкурентоспособными с известными алюмоматричными материалами, алюминиевыми сплавами и высокопористыми алюмооксидными материалами.

Замечания и вопросы по диссертационной работе

1. Автор не затрагивает конкретные проблемы формуемости разработанной им высокопористой керамики на основе Al_2O_3 при получении изделий. Между тем, эти проблемы надо увязывать со свойствами и структурой синтезированного материала, причем эти связи могут оказаться весьма своеобразными и приводить к неожиданным последствиям. Можно привести много примеров, когда технологические особенности конкретного процесса формования изделий вызывает огромные затруднения переработки того или иного материала.

2. При изучении закономерностей процесса прессования шихты на основе алюминиевого порошка ПАП-2 (п.3.4 диссертации) автор использовал эмпирическое уравнение, связывающее приложенное давление прессования с плотностью прессовки, предложенное в середине прошлого века М.Ю.Бальшиным. На основе определения эмпирических коэффициентов этой зависимости проводилась оценка уплотняемости различных марок пудры ПАП-2. Однако при этом возникают методические трудности, связанные с некоторой "неопределенностью" такого эксперимента. Плотность, соответствующая заданному давлению, зависит еще и от длительности процесса прессования. Если считать, что под плотностью следует понимать ее максимальное значение, то это значение также зависит от времени выдержки материала под давлением. Следует отметить и ряд других факторов, влияющих на оценку прессуемости порошковых заготовок: влияние бокового трения, неизотермических факторов,

неоднородность распределения плотности и напряжения по объему прессовки и т.д.. Игнорирование этих факторов вносит некоторую неопределенность в трактовку экспериментальных результатов по прессуемости материалов различных составов.

3. Автор установил, что важнейшая стадия образования Al_2O_3 осуществляется за счет диффузии кислорода воздуха к алюминию через поверхностные оксидные пленки алюминиевых чешуйчатых частиц и назвал этот процесс фильтрационным горением. Однако режимы горения могут быть разными: послойное горение или поверхностное горение, возможен также режим теплового взрыва. Качественно различные ситуации после горения можно было бы наблюдать при исследованиях продольных шлифов образцов. К сожалению, в экспериментах проводилось измерение лишь яркостной температуры на поверхности образца, что ограничивает возможности трактовки результатов.

4. В работе много разнообразных изображений структур. Но в большинстве случаев в подрисуночных подписях не указано, на каком типе оборудования они получены. Часто текст диссертации «разрывается» несколькими листами рисунков, что затрудняет восприятие работы.

Сделанные замечания не снижают общей высокой оценки диссертации.

Заключение

Диссертационная работа Д.А.Иванова, методологическая по своему характеру, имеет научное значение прежде всего для материаловедения и технологии керамических материалов. Так, например, саморазогрев прессовок из порошка ПАП-2 при фильтрационном горении открывает интересные возможности для высокотемпературной деформации подобно тому, как это происходит в процессах СВС. Большой потенциал в повышении характеристик полученные материалы имеют и в случае применения различных схем интенсивного пластического деформирования, в частности, равноканального углового прессования. Работы диссертанта хорошо известны специалистам и неоднократно обсуждались на международных и российских конференциях. Совокупность полученных результатов можно квалифицировать как новое научно-техническое направление: создание научных и практических основ получения новых алюмоматричных КМ материалов за счет использования высокодисперсного порошка ПАП-2.

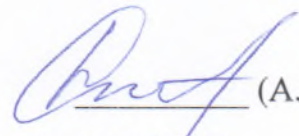
В целом представленная диссертация выполнена на высоком научно-техническом уровне и является законченной научно - исследовательской работой, вносящей существенный вклад в разработку новых экономических технологических подходов к получению композиционных материалов, обеспечивающих формирование однородной наноразмерной структуры с повышенными эксплуатационными характеристиками.

Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, обсуждены на 20 российских и международных конференциях, опубликованы в 60 печатных работах, в том числе 22 статьях в журналах, рекомендуемых ВАК РФ, получены 13 патентов РФ.

Автореферат полностью отражает 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 Иванов Дмитрий Алексеевич заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.06 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Официальный оппонент
главный научный сотрудник, Федеральное
государственное бюджетное учреждение науки
Институт структурной макрокинетики и проблем
материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской
академии наук, проф. НИТУ «МИСиС»; д.ф.-м.н

 (А.М.Столин)
10.10.2019г.

Столин Александр Моисеевич,

Доктор физико-математических наук, специальность 01.04.17 – «Химическая физика, горение и взрыв, физика экстремальных состояний вещества», главный научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук

Адрес: Россия, Московская область, Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 8.

Тел.: 8(916) 708-14-50. E-mail: amstolin@ism.ac.ru

Подпись А.М.Столина удостоверяю

Ученый секретарь ИСМАН

Кандидат физико-математических наук



 Камынина Ольга Константиновна