

До спеціалізованої вченої ради Д26.207.03
в Інституті проблем матеріалознавства
ім. І.М.Францевича НАН України

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу Лаптева Анатолія Васильовича
«Особливості консолідації, формування структури та властивостей
порошкових матеріалів під дією ударного навантаження в широкому
діапазоні температур.», подану на здобуття наукового ступеня доктора
технічних наук за спеціальністю 05.16.06 – порошкова металургія і
композиційні матеріали

Актуальність обраної теми, відповідність роботи спеціальності 05.16.06 – порошкова металургія та композиційні матеріали, новизну досліджень та отриманих результатів.

При створенні і отриманні матеріалів із порошків існують можливості одержання якісних матеріалів за рахунок збереження більш нерівноважної структури. Такі матеріали неможливо виготовити за традиційною технологією литва і яскравими представниками цих матеріалів є псевдосплави, тверді сплави, сплави з градієнтною структурою, однофазні матеріали з наддрібнозернистою структурою, дисперснозміцнені метали з великим об'ємним вмістом зміцнюючих частинок та різноманітні композити з хімічно-активними фазами, які або утворюють при певних температурах небажані фази або деградують в процесі спікання вихідних порошків. Суттєво збільшує можливості створення новітніх матеріалів з порошків використання методів активованого спікання, які дозволяють отримувати високощільні зразки порошків при знижених по відношенню до звичайного спікання температурах. Такими методами на даний час є іскрове плазмове спікання та мікрохвильове спікання. Але пошук інших методів спікання весь час продовжується, про це свідчать сучасні публікації в іноземних наукових журналах. Наприклад, досліджуються такі методи як миттєве спікання при кімнатній температурі

(room-temperature flash sintering), холодне спікання при високому тиску (high-pressure cold sintering), спікання при гарячому пресуванні у вакуумі (vacuum hot-press sintering), пряме селективне лазерне спікання (direct selective laser sintering), високошвидкісне електронно-променеве спікання (high-speed electron beam sintering), спікання гарячим коливальним пресуванням (hot oscillatory pressing sintering), надшвидке високотемпературне спікання (ultrafast high-temperature sintering) та ін. Всі ці методи використовують різні механізми спікання, засновані на зернограничній та об'ємній дифузії атомів. Існує бездифузійний механізм спікання, в основі якого лежить явище схоплювання, а також механізм утворення міжатомного зв'язку на контактуючих поверхнях за рахунок прискореної дифузії атомів при високошвидкісній деформації. Ці механізми проявляються при високошвидкісному стисканні металів і тому їх доцільно впровадити при ущільненні металевих порошків. В зв'язку з цим дослідження ущільнення порошків при ударному навантаженні в широкому діапазоні температур, при якому утворення міцних границь між частинками може відбуватися як за рахунок схоплювання, так і за рахунок прискореної дифузії, є достатньо цікавими і безперечно актуальними.

Треба відзначити, що подібні дослідження, а саме ущільнення порошків при динамічному гарячому пресуванні проводилися під керівництвом професора Ю. Г. Дорофеева в Новочеркаському політехнічному інституті. Але можливості такої технології не були реалізовані повною мірою в зв'язку з відсутністю відповідного обладнання, яке дозволяло би нагрівати і ущільнювати зразки у відносно високому вакуумі та з високим рівнем енергії, а також відсутності схеми ущільнення порошків в жорсткій матриці з підвищеною деформацією частинок, при якій полегшується процес схоплювання. Отже, для удосконалення процесу ударного ущільнення порошків і отримання більш вагомих результатів потрібно було мати нове обладнання. Таке обладнання, а саме експериментальна установка для

ударного ущільнення порошків у вакуумі, сконструйована і виготовлена А. В. Лаптевим і захищена авторським свідоцтвом.

На даній установці проведений значний об'єм експериментальних досліджень, які включають ударне ущільнення в широкому діапазоні температур металевих порошків з різною температурою плавлення, жаростійких і жароміцних металевих сплавів та інтерметаліду, біметалевих композитів із металів, які суттєво відрізняються температурою плавлення, а також композитів, що містять металеву складову і практично непластичну карбідну фазу, зокрема, карбід вольфраму. Ці дослідження проведені автором з метою визначення умов ущільнення, тобто температури, тривалості ізотермічної витримки, енергії або максимального тиску ущільнення, ступеню та швидкості деформації, які забезпечують отримання високої щільності і формування якісних (високоміцних) міжчастинкових границь при якомога низьких температурах.

Завдяки проведеним дослідженням з ущільнення порошків як під дією ударного навантаження, так і звичайним спіканням, а також всебічним дослідженням структури і різноманітних фізичних та механічних властивостей зразків, вдалося отримати нові результати, що підтверджують парадигму «технологія-структура-властивості». Зокрема, при ущільненні металевих порошків встановлено, що, по-перше, висока щільність і міцність на розтяг або вигин досягається при температурі ударного ущільнення 0,5-0,55 від температури плавлення металу; по-друге, міцні зразки з порошку жароміцних сплавів можна отримати при температурах 0,7-0,85 $T_{пл.}$; по-третє, високощільні зразки з біметалевих композитів вдається отримати при ущільненні навіть при великому об'ємному вмісту тугоплавкого металу, що забезпечує збереження більш дрібнозернистої структури та підвищену міцність і твердість зразків; і, по-четверте, найбільш важливим є те, що ударне ущільнення в твердій фазі дозволяє отримати міцні границі між металевою фазою і твердим карбідом вольфраму за тисячні частки секунди процесу ущільнення. В останньому випадку, завдяки проведеним дослідженням,

вдалося встановити, що тверді сплави або композити WC-Co мають граничну міцність на вигин незалежно від кількості кобальту, а також зрозуміти від чого в дійсності залежить максимальна міцність на вигин таких композитів та як створити композит з більш високою міцністю.

Окремо треба відмітити новизну в дисертаційній роботі Лаптева А.В., пов'язану з обґрунтуванням рівняння по ущільненню порошків в жорсткій матриці, що дозволяє описати з високою точністю процес ущільнення від початкової щільності до практично безпористого стану. Представлена закономірність на сьогоднішній день відсутня в вітчизняній та іноземній літературі. Важливо відмітити те, що для виведення цього рівняння удосконалено відомі рішення, які визначають поверхню текучості пористих пластичних тіл.

Ступінь обґрунтованості, достовірності та новизну кожного з наукових положень, висновків та рекомендацій, сформульованих в дисертації (звернувши увагу на сумнівні висновки і твердження).

Про обґрунтованість вибору напрямку досліджень та постановки їх основних завдань свідчить їх зв'язок з науковими програмами та затвердженою тематикою науково-дослідних робіт ІПМ ім. І.М.Францевича НАН України. Здобувач, як відповідальний виконавець, приймав участь у виконанні досліджень у рамках чотирьох держбюджетних відомчих та цільових тем ІПМ НАНУ, а як керівник – у виконанні ще однієї відомчої теми. Всі теми пов'язані з науковим напрямком, основними ідеями та методологією дисертаційної роботи. Достовірність отриманих результатів забезпечена застосуванням стандартних методів визначення фізичних та механічних властивостей зразків, дослідженням структури зразків на плоскій поверхні та поверхні руйнування за допомогою використання скануючої електронної мікроскопії, Оже-електронної мікроскопії та енергодисперсійної спектроскопії, а також за допомогою проведення хімічного та рентгенофазового аналізів зразків. Перевірка основних наукових результатів роботи, що виконувалась експериментально з використанням сучасних

методів дослідження і засобів вимірювання, підтверджує з достатньою для практики надійністю справедливість висновків і рекомендацій автора. Це дозволяє вважати, що отримані результати досліджень дисертації є достатньо обґрунтованими і достовірними.

Наукова новизна роботи відображена наступними положеннями:

1. Запропоновано нове рівняння ущільнення металевих порошків у жорсткій матриці, яке містить чотири постійні параметри і дозволяє описати процес ущільнення порошку від початкової до будь-якої кінцевої щільності, а також апроксимувати експериментальні дані щодо ущільнення різних порошків з коефіцієнтом детермінації $R^2 = 0.9900 - 0,9999$.

2. Вперше показано, що при ударному ущільненні металевих порошків у вакуумі ($\leq 0,0133$ Па) з високим рівнем загальної енергії (≥ 1000 Дж/см³), а також завдяки підвищеному на 15-30% ступеню деформації пористих брикетів та високої швидкості деформації ($50-100$ с⁻¹) можна знизити температуру формування міцного зв'язку поміж металевими частинками за тисячні частки секунди до рівня $0,5-0,55 T_{пл}$.

3. Встановлено явище швидкої рекристалізації структури порошкових металевих зразків за час їх охолодження після ударного ущільнення при температурах вище $0,5-0,6 T_{пл}$.

4. Встановлено факт прискореної дифузії елементів, зокрема атомів вольфраму в сталеву частинку при ударному ущільненні порошків нержавіючої сталі X17H2 зі ступенем деформації ~ 50 % та швидкістю деформації ~ 100 с⁻¹. Коефіцієнт дифузії при температурі 1100 °C збільшується приблизно на 4 порядки зі значення $3,96 \times 10^{-11}$ см²/с при ізотермічному відпалі до значення $2,91 \times 10^{-7}$ см²/с при ударному ущільненні. (Коефіцієнт дифузії вольфраму в залізі при 1100 °C дорівнює $3,4 \cdot 10^{-11}$ см²/с.).

5. Показано можливість і визначено умови отримання в твердій фазі високощільних і більш міцних біметалічних композитів з нерозчинних або слабо розчинних один в одному металів. Це досягнуто на композитах Ag-Ni,

Cu-W, Cu-Cr за рахунок реалізації деформації пластичної фази при високоенергетичному ударному ущільненні.

6. Вперше показано, що ударне ущільнення у вакуумі метало-карбідних композитів Co-WC, Ni-WC, Cu-WC дозволяє сформувати за тисячні частки секунди міцні міжфазні границі у твердій фазі за певної температури. Для кобальтової та нікелевої матриць це температура 1150-1200 °С, для мідної матриці -1050 °С..

7. Встановлено, що в основі процесу низькотемпературного (твердофазного) схоплювання між частинками пластичного металу та практично непластичного карбїду вольфраму лежить не стільки ступінь та швидкість пластичної деформації кобальту або нікелю, скільки висока хімічна активність компонентів при певній температурі, яка здатна утворити фактично миттєво міцний зв'язок між металом та карбїдом вольфраму при їх стисканні. Про високу хімічну активність поміж кобальтом і карбїдом вольфраму при температурі 1200±50 °С свідчать такі встановлені явища як різке зниження питомого електроопору у зразках, суттєве прискорення (вчетверо) зростання карбїдних частинок, швидке скорочення розміру пор та пористості, зменшення ступеня контакту карбїдних частинок.

8. Встановлено граничне значення міцності на вигин твердих сплавів WC-Co з об'ємним вмістом кобальту від 25 до 55 %. Граничне значення міцності відповідає рівню 3200-3500 МПа, і воно обумовлено міцністю тонких прошарків металевої зв'язки, яка коригує з міцністю ниткоподібних кристалів даного металу.

Значимість для науки і практики висновків та рекомендацій дисертанта, можливі конкретні шляхи їх використання;

Результати проведених досліджень в рамках дисертаційної роботи Лаптева А.В. призвели до нових знань відносно впливу технології ущільнення порошків на структуру матеріалів та на їх властивості. Достатньо низькі температури отримання міцних зразків з металевих порошків, наприклад, 450 °С для міді, 600-700 °С для заліза, 750-850 °С для титану, підтвердили, що при

ударному ущільненню порошків для формування якісних границь можна реалізувати такі відомі фізичні явища як схоплювання та прискорена дифузія. При цьому встановлено, що міцні границі утворюються у твердій фазі за дуже короткий час ущільнення не тільки між частинками одного металу, а й між частинками різних металів, які суттєво відрізняються температурою плавлення. І хоча з наукової точки зору механізм утворення при таких умовах якісних міжфазних границь поки ще не зовсім зрозумілий, цей результат сприяє розвитку науки в з'ясуванні і поясненні причин формування границь в нерівноважних умовах. Більш того, технологія ударного ущільнення показала можливість сформувати високоміцні границі не тільки між різними металами, а й між металом і металоподібною сполукою, якою є карбід вольфраму, а також між карбідом вольфраму і інтерметалідом. В даному випадку, а саме при твердофазному ущільненні суміші порошків кобальту і карбіду вольфраму, отриманий неочікуваний результат відносно можливості формування якісної міжфазної границі за тисячні частки секунди, враховуючи минулі дослідження з динамічного гарячого пресування твердого сплаву WC-8Co, проведені Ю. Г. Дорофеевим, і його твердження про неможливість формування міцних границь між металом і твердим карбідом вольфраму при ударному навантаженні. Але нові дослідження з ударного ущільнення композитів WC-Co, які проведені на оригінальній установці, показали, що така можливість існує і що для розвитку науки це досить важливий факт.

Повертаючись до практичного значення результатів досліджень, які отримані в даній дисертаційній роботі, то можна сказати, що завдяки дослідженням автора відкриваються декілька напрямків розробки і створення високоякісних матеріалів, здатних підвищити експлуатаційні можливості конкретних виробів при роботі в звичайних і екстремальних умовах. Наприклад, один із напрямків стосується розробки дрібнозернистих дисперсно зміцнених металів таких як титан, нікель, ніхром з підвищеним об'ємним вмістом твердих частинок; другий напрямок пов'язаний зі створенням більш зносостійких композитів електротехнічного призначення, тобто електричних

контактів, електродів для точкового зварювання, електродів для електроерозійної обробки матеріалів; третій напрямок може вирішити проблему отримання композитів на основі карбїду вольфраму з більш високою міцністю на вигин ніж неперевершена на сьогодні міцність на вигин твердих сплавів WC-Co, оскільки вже є розуміння того, від чого залежить міцність на вигин таких сплавів; і, на кінець, особливі очікування зі створення унікальних виробів пов'язані з можливістю виготовляти методом ударного ущільнення комбіновані композити як за рахунок збереження градієнтної структури, так і за рахунок поєднання в одному зразку різних композитів.

Ооцінка змісту дисертації, її завершеність в цілому;

Дисертацію написано державною мовою, рисунки і таблиці оформлено відповідно до вимог. Дисертаційна робота складається зі вступу, 6 розділів, загальних висновків, списку використаних джерел із 369 найменувань та 1 додатку. Повний обсяг роботи становить 485 сторінок, вона включає 296 рисунків і 39 таблиць.

У вступі дисертаційної роботи обґрунтовано актуальність, наукову новизну, практичну цінність, сформульовано мету роботи і завдання роботи, розкрито персональний внесок автора, наведено інформацію про апробацію результатів дослідження, а також наведені дані про наукові праці, опубліковані за темою дисертації із зазначенням особистого внеску автора.

Перший розділ дисертації відображає, по-перше, наявність і використання методів ущільнення і спікання порошків, які дозволяють отримати якісні зразки з порошків при знижених по відношенню до вільного спікання температурах, або при суттєво скорочених ізотермічних витримках; по-друге, увагу фахівців на таке фізичне явище, як схоплювання, та на умови і особливості його прояву під впливом термічної та механічної дії і, по-третє, незвичайне фізичне явище таке, як прискорена дифузія, що виникає у разі деформації металів з високою швидкістю. На основі розглянутих положень наукових праць визначено мету і завдання дисертаційної роботи.

В **другому** розділі розглянуті положення, які прояснюють та допомагають вирішити деякі принципові питання, зазначені у першому розділі. Ці положення пов'язані з пошуком і виведенням нового рівняння для опису ущільнення порошку в жорсткій матриці, що дозволяє описати процес ущільнення з високою точністю і врахувати близький до реального ступінь пластичної деформації частинок при їх ущільненні, з можливістю теоретичного опису пружної деформації установки ударного типу та оцінки величини пружної деформації й втрат енергії на пружну деформацію в залежності від максимального навантаження при ударному ущільненні порошку, а також з аналізом особливостей дифузії атомів за трьома рівняннями в від коефіцієнту дифузії і тривалості термічної активації.

У **третьому** розділі представлено та обґрунтовано вибір порошків та порошкових сумішей для проведення досліджень з ударного ущільнення, а також описано схему та режими ударного ущільнення порошків у вакуумі. Крім того, описані методики визначення різних фізичних і механічних властивостей зразків, а також методика дослідження та визначення кількісних характеристик структури на плоскій полірованій поверхні двофазних матеріалів і, зокрема, твердих сплавів WC-Co з використанням пересічних ліній, нанесених на фото полірованої поверхні зразка.

Четвертий розділ складається з п'яти підрозділів, в яких представлені результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення різних порошкових груп. У першій групі розглянуто ущільнення порошків металів і показано, що незалежно від температури плавлення металу міцний зв'язок між частинками вдається сформувати при достатньо низькій температурі, яка в основному складає половину температури плавлення. Але до такого рівня не можна знизити температуру утворення міцного зв'язку між частинками жароміцних сплавів, що видно з результатів ударного ущільнення таких порошків, що представляють другу групу. Не можна також суттєво знизити температуру утворення міцних міжчастинкових границь у разі ущільнення біметалевих композитів, якщо один з металів є тугоплавким. Це встановлено

при ущільненні третьої групи порошків. І дві останні групи порошків відображають результати ущільнення ще більш складних для утворення міцних міжфазних границь, а саме суміші порошків металу і карбиду вольфраму. Але і в цьому випадку встановлено можливість формування якісних границь в твердій фазі за час ударного ущільнення.

П'ятий розділ присвячено аналізу результатів експериментальних досліджень щодо ударного ущільнення в широкому діапазоні температур порошків та порошкових сумішей, розглянутих у попередньому розділі. При цьому увага зосереджена на аналізі прояву двох фізичних явищ – схоплюванні та прискореній дифузії. Показано, що процес схоплювання між частинками може відбуватися тільки за рахунок термічної активації поверхні контактуючих частинок, але підведення механічної енергії, що призводить до пластичної деформації частинок під високим тиском, сприяє зниженню температури, при якій відбувається схоплювання. В цьому розділі приведено також розрахунок коефіцієнту дифузії атомів вольфраму в сталеву частинку при ізотермічному нагріві і при ударному стисканні порошку, який показує, що при ударному навантаженні спостерігається прискорена дифузія атомів вольфраму в тіло сталеві частинки. На закінчення даного розділу розглянуто механізм міцності на вигин композитів, що містять карбід вольфраму і різні зв'язки, та умови отримання композиту з найвищою міцністю. На думку автора дисертації, міцність на вигин композиту на основі карбиду вольфраму з металевію зв'язкою визначається (за умови відсутності в об'ємі зразків великих дефектів структури) двома факторами: міцністю тонкого металевію прошарку та міцністю міжфазної границі.

У **шостому розділі** подані напрямки перспективного застосування результатів проведеного дослідження з ударного ущільнення різних порошків, які можуть бути реалізовані у разі потреб відродженію української промисловості. Зроблена спроба випробування деталей, виготовлених методом ударного ущільнення, на заводі з висаджування болтів, але апробація незавершена (робота цих деталей перервана війною з боку Росії).

Зауваження до оформлення дисертації;

Дисертація оформлена у відповідності до вимог МОН згідно наказу №40 від 12.01.2017.

Повноту викладу основних результатів дисертації в опублікованих працях, ідентичність змісту автореферату й основних положень дисертації.

Основні результати досліджень, представлених в дисертації, викладені в опублікованих статтях повністю. Автореферат відповідає змісту дисертації та відображає основні наукові положення роботи. Зміст автореферату та основних положень дисертації ідентичні.

До представленої дисертаційної роботи можна висловити наступні зауваження.

1. З проведених досліджень поки що важко зрозуміти який вклад в формування міцної границі між частинками робить процес захоплення, а який вклад забезпечує прискорена дифузія.
2. Міцність границь між частинками після ударного ущільнення оцінюється побічно, тобто шляхом вимірювання міцності зразка. Але хотілося б мати дослідження структури границі, утвореної за тисячні частки секунди, на трансмісійному мікроскопі, або мікроскопі з високою роздільною здатністю.
3. Дуже цікаве з наукової точки зору явище прискореної дифузії потребує більш детального дослідження і проведення додаткових експериментів як на однорідних, так і на різномірних порошках.
4. Немає пояснення високої міцності на вигин і на розтяг зразків з дрібнозернистого порошку титану, отриманих при достатньо низькій температурі ущільнення, 750 °C, і відсутності зміни міцності при підвищенні температури ущільнення порошку.
5. Доцільно в роботі було навести економічні показники при впровадженні в практику отриманих результатів досліджень оскільки вони підтверджені результатами, що отримані при виконанні п'яти державних науково-дослідних тем.

6. На нашу думку, обсяг дисертаційної роботи завеликий. Перший розділ можна було скоротити, не втрачаючи результативності аналізу за визначеною тематикою.

Висновок

Дисертаційна робота Лаптева А. В. є завершеною науково-дослідною роботою, яка вирішує важливу науково-практичну проблему отримання високощільних однофазних та гетерофазних порошкових матеріалів з дрібнозернистою структурою та підвищеними механічними та функціональними властивостями для роботи в умовах дії інтенсивних механічних та електричних навантажень при кімнатній та підвищеній температурах. За актуальністю, науковою новизною отриманих результатів, їх достовірністю та практичною значимістю задовольняє вимогам п.п. 7, 9 «Порядку присудження та позбавлення наукового ступеня доктора наук, затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 17 листопада 2021 року № 1197, а її автор, Лаптев Анатолій Васильович, заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.06 – порошкова металургія і композиційні матеріали

Офіційний опонент,
доктор технічних наук,
професор,
професор кафедри матеріалознавства
Луцький національний технічний
університет МОН України,

Рудь В.Д.

Підпис В.Д. Рудь засвідчую:

Вчений секретар Луцького НТУ

А.М. Земко



ПІДПИС ЗАСВІДЧУЮ:
Вчений секретар
ЛУЦЬКОГО НАЦІОНАЛЬНОГО
ТЕХНІЧНОГО УНІВЕРСИТЕТУ
доц. А.Земко