

Відгук

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

Актуальність теми дисертації

Високошвидкісне пресування порошків відоме вже понад 60 років і весь цей час воно привертає пильну увагу вчених та інженерів. Перші захоплені дослідженням явищ, що становлять фундаментальний інтерес: аномально-швидкою дифузією; утворенням міцних міжчасткових зв'язків за порівняно низьких температур; незвичайними механізмами деформації, тощо. Для інженерів ж високошвидкісне пресування цікаве технологічними та економічними перевагами перед статичним. Головні з них зафіксовані в характеристиці "three high and one low" («три високі та одна низька»), яку фахівці дали новому процесу високошвидкісного пресування - High Velocity Compaction (HVC): висока щільність, висока точність, висока продуктивність і низька вартість. Цей процес запропонований у добре відомій шведській фірмі Hoganaos у 2001 році зараз є одним із ключових у порошковій металургії.

Незважаючи на досить тривалий час, протягом якого вчені та інженери займаються високошвидкісним пресуванням порошків, у цій галузі є ще багато принципових питань фундаментального та прикладного характеру, на які досі не отримані відповіді. Зокрема: немає достатньо добре обґрунтованих уявлень про канали високошвидкісної дифузії та механізми захоплення металів при великих швидкостях деформації зсуву; немає надійних даних про деформацію частинок при швидкісному стисканні порошку в контейнері; не визначено оптимальних умов пресування порошкових сумішей, що мають великий практичний інтерес та ін.

Представлена дисертаційна робота спрямована на пошук відповідей на подібні питання та вирішення пов'язаних із ними завдань. Її мету автор сформулював як визначення температурно-швидкісних, енерго-силових та деформаційних умов ущільнення порошків під дією ударного навантаження для отримання моно- та гетерофазних матеріалів, що мають більш щільну та дрібнозернисту структуру і підвищені механічні та експлуатаційні властивості. При цьому він зосередився на трьох класах матеріалів:

однофазних металевих порошках з різною температурою плавлення, двокомпонентних порошкових сумішах з металів, що істотно відрізняються температурою плавлення, і сумішах з металевою та керамічною фазами.

Дисертація відповідає основним науковим напрямкам роботи Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, а наведені в ній результати здобуті у рамках планових держбюджетних та цільових тем.

Все сказане вище доводить актуальність теми представленої дисертації.

Структура та обсяг роботи .

Дисертаційна робота складається зі вступу, 6 розділів, загальних висновків, списку використаних літературних джерел із 369 найменувань та додатків. Повний обсяг дисертації складає 485 сторінок, вона містить 296 малюнків, 39 таблиць та 1 додаток.

Аналіз змісту дисертації

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи, сформульовано мету та завдання досліджень, наукову новизну та практичну цінність отриманих результатів.

У першому розділі дисертації (85 сторінок) наведено докладний огляд відомих методів ущільнення порошків та публікацій з фізики та механіки цих процесів. Відзначу виражений аналітичний характер огляду, який проявляється у виразній позиції автора з питань, що зачіпаються. Це робить читання цікавим. Найбільший інтерес становлять підрозділи, пов'язані з оцінкою реальної деформації частинок, аналізом механізмів формування міцних зв'язків між ними та описом устаткування ІПМ НАН України для високошвидкісного компактування порошків у вакуумі.

За всіх безумовних переваг цього розділу не можу не висловити зауваження. Насамперед, вони відносяться до досить солідного віку прореферованих публікацій, яким, здебільшого, вже виповнилося 30 років і більше. Так, багато хто з них став класичним і з ключових питань з моменту їх появи не було значних проривів, але це потрібно було підтвердити посиленнями на роботи останніх років. Зокрема: з проблем схоплювання металів можна було б звернутися до робіт відомого фахівця в цій галузі Niels Bay (Technical University of Denmark), а з питань аномально-швидкої дифузії при пластичній деформації, - до публікацій Sergiy Divinski (University of Münster). До речі, у зв'язку з цим цікаво було б провести паралелі між високошвидкісною консолідацією порошків та інтенсивною пластичною деформацією (severe plastic deformation) , за якою є багато публікацій останнім часом. Ці процеси мають багато спільного у своїй фізиці, а один з них, - Ball milling , буквально є ударною обробкою порошків.

Наступні зауваження пов'язані з розділом «Оцінка ступеня деформації частинок порошку при ущільненні його у жорсткій матриці». Тут автор намагається знайти фізичний зміст у відмінності формул для інваріантної міри деформації, прийнятих у порошковому матеріалознавстві та обробці металів тиском. Наводячи у тексті відповідні співвідношення, він зазначає: «Поки що незрозуміло в чому причина такої відмінності». Насправді ж, ніякої принципової різниці між ними немає: і те, й інше співвідношення є корінням з другого інваріанту тензора малих деформацій, а постійний множник при ньому обумовлений лише зручністю і традиціями наукової спільноти. При цьому потрібно врахувати, що цей множник повинен бути узгоджений з множником перед інваріантною мірою напружень, так, щоб виходив один і той же вираз для роботи пластичної деформації.

У зв'язку з формулою для інваріантної міри деформації відзначу ще друкарську помилку у співвідношенні (1.11), де пропущено множник $3/2$ перед дужкою з деформаціями зсуву.

Другий розділ дисертації (45 сторінок) містить наступний матеріал: виведення співвідношень для осьового тиску та деформації частинок при пресуванні порошку в матриці з жорсткими стінками; опис роботи модернізованого устаткування ІПМ НАН України для динамічного пресування порошків у вакуумі; аналіз залежності рішення рівняння дифузії від параметрів, що полегшує їх визначення за результатами експериментів.

Зупинюся докладніше на першому результаті, бо він винесений автором як пункт наукової новизни роботи. Отримані автором співвідношення для тиску пресування та величини деформації частинок базуються на континуальній теорії порошків та пористих тіл ІПМ НАН України, що адекватно відображає фізику процесу. Ця обставина визначає правильний характер залежностей. Формула тиску містить чотири параметри, які автор пропонує визначати для кожного конкретного порошку шляхом фітування теорії до результатів експериментів з його пресування в матриці з жорсткими стінками.

На наш погляд, такий підхід ефективний і просто «приречений» на відмінну апроксимацію експериментальних даних. Сам автор із цього приводу робить обережне зауваження: «Однак така ефективність пов'язана з прийняттям припущення про постійність межі текучості матеріалу частинок порошку при його ущільненні. Справедливість такого припущення поки що не обґрунтована, але вона може відповідати дійсності, для чого потрібно провести додаткові теоретичні та експериментальні дослідження». Така ретельність характеризує автора як серйозного дослідника, але опонент все ж таки не згоден з останнім зауваженням. Поясню сказане.

З міркувань розмірності, формула тиску пресування порошку в матриці з жорсткими стінками має вигляд $p = \sigma_s f(\rho)$. Облік деформаційного зміцнення дає $\sigma_s = \sigma_{s0} \varphi(e_u)$, де e_u - еквівалентна деформація частинок, а σ_{s0} - не залежить від деформації. Враховуючи, що $e_u = \omega(\rho)$ й підставляючи ці співвідношення у вираз для p , отримуємо $p = \sigma_{s0} F(\rho)$ де $F(\rho)$ - деяка функція відносної щільності. З приводу останнього співвідношення складається враження, що воно отримано у припущенні відсутності зміцнення. Насправді, як показано вище, через умови пресування порошку в матриці з жорсткими стінками, зміцнення частинок «зашило» в $F(\rho)$. Тому сумніви автора не обґрунтовані: оскільки параметри співвідношення для тиску визначаються в експерименті, тим самим враховується деформаційне зміцнення матеріалу частинок.

Третій розділ дисертації (60 с.) містить характеристики матеріалів для експериментів та опис методики дослідження. Вражає широкий спектр матеріалів, що охоплює однофазні порошки (Cu, Fe, Ni, Co, Ti, W, X17H2, X20H80, Ni3Al), суміші порошків з двох металів (Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr), суміші порошків кобальту та карбиду вольфраму, а також суміші порошків карбиду вольфраму з іншими металами та інтерметалідами. Методика експерименту описана надзвичайно докладно, що характеризує автора як експериментатора високого класу.

У четвертому та п'ятому розділах дисертації (у сумі 212 с.) наведено результати експериментальних досліджень щодо ударного ущільнення порошкових матеріалів у широкому діапазоні температур та представлений досить глибокий їх аналіз. Серед результатів зазначимо такі.

- Вперше показано, що при ударному ущільненні металевих порошків у вакуумі можна знизити температуру швидкого формування міцного зв'язку між металевими частинками до рівня $0,5-0,55 T_{пл}$.
- Вперше встановлено явище швидкої рекристалізації структури порошкових металевих зразків за час їхнього охолодження після ударного ущільнення при температурах вище $0,5-0,6 T_{пл}$.
- Встановлено факт прискореної дифузії елементів, зокрема атомів вольфраму, в сталеву частинку при ударному ущільненні порошків нержавіючої сталі; показано збільшення коефіцієнта дифузії приблизно на 4 порядки.
- Вперше показано можливість і визначені умови високоенергетичного ударного ущільнення для отримання в твердій фазі високощільних і міцних біметалічних композитів з нерозчинних або слабо розчинних один в одному металів (Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr).

- Вперше показано, що ударне ущільнення у вакуумі металокарбідних композитів Co-WC, Ni-WC, Cu-WC дозволяє сформувати за тисячні частки секунди міцні міжфазні межі у твердій фазі за певної температури.
- Вперше встановлено, що в основі процесу твердофазного схоплювання між частинками пластичного металу та практично непластичного карбіду вольфраму лежить висока хімічна активність компонентів за певної температури.
- Встановлено граничне значення міцності на згинання 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 металевих прошарків зв'язування, що коригує з міцністю ниткоподібних кристалів даного металу.

Зазначимо, що всі ці ефекти виявляються, коли досліджувані матеріали знаходяться у твердій фазі, під впливом великих деформацій та високих тисків. Подібні ефекти мають місце і при інтенсивній пластичній деформації таких матеріалів (severe plastic deformation), що опонент вже зазначив вище. Йдеться про наступні явища: збільшення ефективного коефіцієнта дифузії на 4-7 порядків; міцне з'єднання при низьких температурах абсолютно різних, у тому числі нерозчинних один в одному матеріалів; швидка динамічна рекристалізація та ін. Опонент радить звернути увагу на цей факт у подальшій роботі з ударного ущільнення порошків. Зараз є багато публікацій з severe plastic deformation, зокрема, нещодавно вийшов огляд Kaveh Edalati et al., *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: Review of Historical Developments and Recent Advances*. *Materials Research Letters*, 2022, 10, 4, 163-256.

У шостому розділі дисертації (7 с.) намічено перспективні напрямки використання результатів роботи та представлено конкретні вироби, які вже отримані методом ударного ущільнення за допомогою результатів автора.

Наукова новизна роботи.

Опонент здебільшого згоден з пунктами наукової новизни у формулюванні дисертанта. На наш погляд, найважливіші з них такі.

- 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 $R^2 = 0.990 - 0.999$.
- 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 ($50 - 100 \text{ с}^{-1}$) можна знизити температуру формування міцного зв'язку між металевими частинками за тисячні частки секунди до рівня $0,5-0,55 T_{\text{пл}}$.

- Встановлено явище швидкої рекристалізації структури порошкових металевих зразків за годину їх охолодження після ударного ущільнення при температурах вище $0,5-0,6 T_{\text{пл}}$.
- Вперше показано, що ударне ущільнення у вакуумі метало-карбідних композитів Co-WC, Ni-WC, Cu-WC дозволяє сформувати за тисячні частки секунди міцні міжфазні межі у твердій фазі за певної температури. Для кобальтової та нікелевої матриць це температура $1150-1200 \text{ }^\circ\text{C}$, для мідної матриці $-1050 \text{ }^\circ\text{C}$.

Обґрунтованість та достовірність наукових положень, висновків та рекомендацій.

Співвідношення для тиску пресування порошку в матриці з жорсткими стінками та величину еквівалентної деформації частинок у цих умовах автор отримав на основі континуальної теорії пластичності порошкових та пористих тіл, розробленої в ІПМ НАН України. Це надійний, добре обґрунтований фундамент. Вибір матеріалів та методика експерименту ретельно продумані, дозволяють вивчити явища з різних сторін та з достатнім ступенем впевненості виявити загальні закономірності. Автор не приховує проблем, з якими він зіткнувся в ході експериментів та своїх сумнівів у деяких результатах. На цій підставі опонент робить висновок про те, що результати досліджень, висновки та рекомендації, подані в дисертаційній роботі, обґрунтовані достатньою мірою.

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

Високу наукову цінність мають результати щодо аномально швидкої дифузії та захоплення різних матеріалів у твердій фазі при високоенергетичному впливі. Крім робіт з високошвидкісного пресування порошків, вони можуть знайти застосування для дослідження процесів формування наноструктурних композитів методами інтенсивної пластичної деформації. Закономірності, що автор виявив при ударному ущільненні порошків, є науковою основою інноваційних технологій отримання нових матеріалів з високими експлуатаційними характеристиками, такими як міцність, зносостійкість, електропровідність і ін. Опонент вірить у те, що такі матеріали та технології обов'язково будуть потрібні в Україні, і це реалізує великий потенціал представленої дисертації.

Повнота викладу основних результатів дисертації в опублікованих працях, ідентичність змісту автореферату та основних положень дисертації.

Матеріали дисертації повною мірою викладено у 50 наукових працях, з них 30 статей у наукових спеціалізованих виданнях України та інших країн, що входять до міжнародних наукометричних баз даних (SCOPUS, EBSCO, Thomson Reuters, Google Scholar, Research Gate та ін.), 1 патент України та 18 публікацій за матеріалами доповідей на міжнародних конференціях.

Автореферат дисертації повністю відповідає змісту та основним положенням дисертації.

Апробація роботи

Результати роботи пройшли досить хорошу апробацію, та достатньо обговорені на українських та міжнародних конференціях.

Зауваження щодо роботи

1. Аналітичний огляд дисертації базується переважно на роботах, які були опубліковані понад 30 років тому. Багато хто з них став класичним і з ключових питань з моменту їх появи не було значних проривів, але це потрібно було підтвердити посиланнями на роботи останніх років. Зокрема: з проблем схоплювання металів можна було б звернутися до робіт відомого фахівця в цій галузі Niels Bay (Technical University of Denmark), а з питань аномально-швидкої дифузії при пластичній деформації, - до публікацій Sergiy Divinski (University of Münster). У зв'язку з цим цікаво було б провести паралелі між високошвидкісною консолідацією порошків та інтенсивною пластичною деформацією (severe plastic deformation), за якою є багато публікацій останнім часом. Ці процеси мають багато спільного у своїй фізиці, а один з них, - Ball milling, буквально є ударною обробкою порошків.

2. Автор намагається знайти фізичний зміст у відмінності формул для інваріантної міри деформації, прийнятих у порошковому матеріалознавстві та обробці металів тиском. Наводячи у тексті відповідні співвідношення, він зазначає: «Поки що незрозуміло в чому причина такої відмінності». Насправді ж, ніякої принципової різниці між ними немає: і те, й інше співвідношення є корінням з другого інваріанту тензора малих деформацій, а постійний множник при ньому обумовлений лише зручністю і традиціями наукової спільноти. При цьому потрібно врахувати, що цей множник повинен бути узгоджений з множником перед інваріантною мірою напружень, так, щоб виходив один і той же вираз для роботи пластичної деформації.

3. У співвідношенні (1.11) для інваріантної міри деформації пропущено множник $3/2$ перед дужкою з деформаціями зсуву.

4. Автор вважає, що отримане ним співвідношення, що зв'язує тиск пресування порошку з його відносною густиною, не враховує деформаційного зміцнення матеріалу частинок. Насправді це не так, і опонент показав це в розділі «Аналіз змісту дисертації».

5. На сторінці 221 автор робить наступний висновок: «Облік сил тертя показав, що при стисканні даного пластичного матеріалу на перерахованій діаграмі «напруження – відносна деформація» з'являється максимум міцності, що свідчить про те, що і при стисканні після зміцнення настає процес розміцнення, пов'язаний, швидше за все, з мікроруйнуванням через вичерпання ресурсу пластичності матеріалу. На діаграмі ж без урахування сил тертя максимум міцності відсутній і створюється хибне уявлення про постійне зміцнення матеріалу та підвищену його пластичність.». Опонент вважає, що аргументи, які наводить автор, такого висновку не доводять. Максимум на діаграмі може бути обумовлений не розміцненням матеріалу, що деформується, а недостатньо сильним його зміцненням. У цьому випадку збільшення знаменника у формулі (3.27) також призведе до максимуму діаграми. За відсутності зміцнення, але не розміцнення, діаграма має тільки падаючу ділянку.

6. Автор вважає, що висока міцність тонких металевих прошарків, що зв'язують карбідні частинки, має ту ж природу, що й у ниткоподібних кристалах. При цьому він не враховує дуже сильного фактора, а саме – вплив граничних умов. Задача пластичності для розтягування тонкого шару, який зв'язує між собою жорсткі об'єкти, показує, що його межа плинності може в кілька разів перевищувати межу плинності матеріалу шару. У таких умовах у м'якому прошарку відбувається крихке руйнування. Цей ефект зумовлений не відсутністю дислокацій, як у ниткоподібних кристалах, а тим, що жорсткі об'єкти стримують пластичний плин шару.

Як показано в розділі «Аналіз змісту дисертації», зроблені зауваження не торкаються головних результатів виконаної автором роботи та не знижують її загальної позитивної оцінки. Робота читається легко, якість оформлення дисертації висока.

Висновки

Вважаю, що робота відповідає спеціальності 05.16.06 – порошкова металургія та композиційні матеріали. Її нові, науково обґрунтовані результати забезпечують вирішення важливої науково-технічної проблеми, яка полягає у визначенні закономірностей ударного ущільнення порошків з проявом ефекту схоплювання між частинками при значно знижених до звичайного спікання температурах. Це дозволило автору знайти ефективні режими, розробити інноваційні прийоми та отримати, за низьких

енерговитрат, цілий спектр матеріалів з дрібнозернистою структурою та високими експлуатаційними характеристиками. Робота має важливе значення для порошкової металургії та композиційних матеріалів.

На підставі наведеного вище аналізу, я укладаю, що подана робота відповідає вимогам п. 10 «Порядку присудження наукових ступенів», що висуваються до докторських дисертацій з технічних наук, а її автор, Лаптев Анатолій Васильович, заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.06 – порошкова металургія та композиційні матеріали.

Офіційний опонент:

доктор технічних наук, професор,
головний науковий співробітник
Донецького фізико-технічного
інституту ім. О.О.Галкіна НАН України



Яків БЕЙГЕЛЬЗІМЕР

Підпис Яківа БЕЙГЕЛЬЗІМЕРА засвідчую:

в.о. ученого секретаря
Донецького фізико-технічного
інституту ім. О.О.Галкіна НАН України,
кандидат технічних наук



Вячеслав ЧИШКО