

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

На сегодняшний день одним из наиболее перспективных путей удовлетворения постоянно повышающихся требований современной техники к материалам является совершенствование существующих и разработка новых композиционных материалов (КМ).

Известно, что чаще других из металломатричных КМ применяются материалы на основе алюминия и его сплавов, что обусловлено, в первую очередь, их высокой удельной прочностью и малой плотностью. Наиболее ярким представителем таких КМ, начиная с середины 20 века, был материал САП (спеченный алюминиевый порошок), который получали путем последовательного холодного и горячего брикетирования тонкого окисленного алюминиевого порошка марки АПС и последующего деформирования (ковкой, прессованием, прокаткой, экструзией) горячепрессованных брикетов. Материал САП, содержащий равномерно распределенные частицы Al₂O₃, стал известен и был востребован благодаря способности сохранять высокие прочностные вплоть до 500 °С. Однако, по информации автора многочисленных монографий по спеченному алюминию В.Г. Гопиенко, изделия из материала САП после 1992 г. в Российской Федерации производить перестали. Причиной этого, возможно, могли стать экономические причины: повышенная длительность процессов, многостадийность, необходимость специального дорогостоящего оборудования, а также большая энерго- и трудоемкость.

В связи с этим, весьма актуальными представляются исследования новых технологических подходов для изготовления КМ на основе Al-Al₂O₃-Al₄C₃ с использованием высокодисперсного порошка ПАП-2 и простых и энергосберегающих методов порошковой металлургии, которые в течении ряда лет ведутся в МАИ. В этих исследованиях, в частности, было установлено, что наличие защитной пленки стеарина на частицах порошка ПАП-2 в процессе получения КМ способствует синтезу «in-situ» наноразмерных включений карбида алюминия Al₄C₃, способных дополнительно упрочняющих алюминиевую матрицу. Однако до настоящего времени рациональные условия для формирования Al₄C₃ и повышения прочностных свойств КМ определены не были.

Поэтому **целью** представленной диссертации явилось исследование роли защитной пленки стеарина на частицах порошка ПАП-2 в формировании свойств дисперсно-упрочненного КМ и разработка на его основе рекомендаций по совершенствованию существующей экспериментальной технологии для повышения прочностных свойств КМ.

Актуальность работы подтверждается её выполнением в рамках базовой части государственного задания вузам № 11.7568.2017/БЧ.

Общая характеристика работы

Диссертация Н.Д. Аккужина представляет из себя достаточно компактную работу объёмом 122 страницы со 107 цитируемыми источниками и посвящена проблеме повышения уровня прочностных свойств алюмоматричного КМ на основе системы Al-Al₂O₃-Al₄C₃. Решить эту важную проблему автор предполагает за счет использования стеарина, присутствующего в исходном порошке ПАП-2 в качестве защитной пленки. Столь конкретная постановка цели весьма любопытна, т.к. предполагает повышение свойств за счет технологической добавки, изначально для этого не предназначенной, и оправдывает компактность литературного обзора (24 стр.) и работы в целом.

Анализируя в литературном обзоре информацию о материале САП, автор отметил, что его технология рассчитана на получение полуфабрикатов различного сортамента (листы, прутки и др.). Для массового производства мелких деталей (втулки, шестерёнки и т.п.) технология САП не подходит. Для получения таких деталей рационально использовать традиционные методы прессования в стальных пресс-формах, на которых и основаны разработки МАИ.

Помимо более простой технологии, в данной работе, также, как и в предыдущих работах МАИ по алюмоматричным КМ, в качестве исходного материала использовали порошок алюминия марки ПАП-2, а не АПС. Впервые было обращено внимание на то, что первоначально для производства САП рассматривался порошок марки ПАК-4 (по обновлённому ГОСТу соответствует порошку ПАП-2). Как наиболее мелкодисперсный, он больше других был перспективен для производства полуфабрикатов. Однако из-за его крайне малой насыпной массы (менее 0,2 г/см³) он был заменён на порошки марки АПС. Применительно к изготовлению отдельных малогабаритных деталей малая насыпная масса порошка не столь критична, что предполагает возможность реализовать преимущества высокодисперсного порошка в формировании структуры и свойств получаемого материала.

Таким образом, разрабатываемую диссертантом технологию в какой-то степени можно считать новым вариантом получения материала типа САП для массового изготовления деталей.

Для достижения поставленной в работе цели диссертант предложил и изучил различные технологические режимы подготовки исходного порошка ПАП-2 к прессованию, обеспечившие различную степень удаления стеарина из объёма порошка. На полученных порошках было изучено влияние степени удаления стеарина на их свойства и свойства спеченных из них материалов.

Наиболее значимое для технологии свойство порошков – прессуемость, изучено диссертантом в рамках теории прессования М.Ю. Бальшина. Исследование тщательно выполнено на большом количестве образцов с использованием разработанной методики непрерывного нагружения и статистической обработки результатов. Была показана

применимость теории к порошкам чешуйчатой формы, а также четко зафиксированы отклонения от прямолинейной зависимости в области малых и повышенных давлений прессования, предполагаемые теорией Бальшина. Получены уравнения прессования с высокими коэффициентами корреляции. В результате были установлены режимы подготовки порошков с улучшенной прессуемостью и формуемостью.

В качестве основного оценочного параметра свойств спеченных материалов использована прочность при трехточечном изгибе, трудоемкость определения которой невелика.

В результате было установлено, что степень удаления стеарина из объема порошка перед операцией его прессования имеет определяющее значение в формировании прочностных свойств спеченного материала. Показано, что при использовании порошка, полностью лишённого стеарина в результате предварительного отжига на воздухе, прочность материала, спеченного в вакууме (650 °С) при изгибе не превышает 320 МПа. Методом РФА было определено, что единственной упрочняющей фазой в данном случае является оксид алюминия.

Напротив, спеченные при 650 °С в вакууме прессовки, полученные из исходного порошка ПАП-2, содержащего стеарин, показал значительно более высокие прочностные свойства - 425 ± 32 МПа. Помимо оксида алюминия в данном случае РФА фиксировал ещё и карбид алюминия. Особенностью спекания в данном случае явилось образование углеродного остатка от разложения стеарина и синтез «in-situ» наноразмерных включений карбида алюминия Al_4C_3 .

Вариант использования порошков с различной степенью разложения стеарина, полученных за счет промежуточного частичного отжига стеарина в вакууме предполагал обеспечение улучшенной формуемости прессовок при сохранении достигнутых свойств. Однако полученные значения прочности при изгибе при всех режимах отжига стеарина различались не сильно (в среднем не превышали 360 МПа) и были заметно меньше свойств образцов без промежуточного вакуумного отжига (425 ± 32 МПа). По существу, введенный дополнительный вакуумный отжиг привел к уменьшению количества образующегося карбида алюминия.

Полученные результаты позволили диссертанту сделать вывод о том, что для достижения высоких и стабильных прочностных свойств разрабатываемого материала необходим учёт и регламентирование процессов разложения и дегазации стеарина.

Сформулировано условие получения высоких свойств - процесс нагрева прессовок необходимо вести так, чтобы сохранить максимальное количество стеарина до температур порядка 600°С, когда на наноуровне «in situ» начинает активно образовываться карбид алюминия. В частности, это можно достичь за счёт быстрого нагрева прессовок высокой исходной плотности, сдвигающего процессы дегазации в область высоких температур.

Установление влияния кинетики дегазации стеарина на синтез дополнительного упрочнителя Al_4C_3 позволило существенно превзойти ранее полученные результаты.

В заключительной части работы представлены достаточно подробные структурные исследования, включающие оптическую, просвечивающую и растровую электронную микроскопии, а также рентгеноспектральный элементного состава материала и его фазовый анализы. Полученные данные свидетельствуют о том, 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 Al_2O_3 и Al_4C_3 .

Основная научная новизна состоит в установлении определяющего влияния защитной пленки стеарина на формирование повышенных прочностных свойств КМ на основе системы $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$. Показано, что эффективность упрочнения КМ зависит от кинетики дегазации стеарина при его разложении в вакууме, которая обуславливает количество 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. 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 не предложены способы регулирования количества синтезируемого карбида алюминия в условиях протекания динамических процессов дегазации стеарина. Отсутствует информация о возможном разбросе в содержании карбида алюминия при прочих равных условиях, доступных контролю;

2. Не раскрыты условия механической активации исходного порошка ПАП-2, содержащего стеарин, обеспечившие ему прекрасную формуемость, и не объяснены причины этого улучшения;

3. В таблице 4.7 диссертации представлены свойства образцов, полученных по новому режиму обработки порошка и рекомендованным режимам вакуумного отжига прессовок. Однако оптимизация силовых и температурно-временных параметров получения спеченного материала, необходимая в связи с новыми исходными свойствами порошка, в работе отсутствует;

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 определению рациональных условий для синтеза «in-situ» наноразмерных частиц Al_4C_3 и повышения за счет этого прочностных свойств КМ на основе системы $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$, 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 машиностроении, авиастроении, космической технике и ряде других промышленных областей.

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.

Еремеева Жанна Владимировна,

профессор кафедры порошковой металлургии

и функциональных покрытий НИТУ МИСиС, д.т.н.


01.12.2021 (Еремеева Ж.В.)

Подпись *Еремеевой Жанны Владимировны* удостоверяю,



И.М. ИСАЕВ

119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Электронный адрес: kancela@misis.ru

Телефон: [+7 495 955-00-32](tel:+74959550032)