

ЗАКЛЮЧЕНИЕ диссертационного совета 24.1.078.03 (Д 002.060.03)

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)
по диссертации Фадеева Андрея Андреевича на соискание ученой степени кандидата технических наук

аттестационное дело № 1-22

Решение диссертационного совета от 27.10.22 протокол № 3-22

О присуждении Фадееву Андрею Андреевичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация Фадеева А.А. на тему «Формирование порошков псевдосплавов на основе вольфрама в термической плазме электродугового разряда» в виде рукописи по специальности 1.3.9 (01.04.08) «Физика плазмы» принята к защите 18 августа 2022 года, протокол № 2-22 диссертационным советом 24.1.078.03 (Д 002.060.03) на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук по адресу: 119334, г. Москва, Ленинский проспект, д.49.

Соискатель, Фадеев Андрей Андреевич, 1988 года рождения, гражданство РФ, в 2011 году окончил Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по специальности «Физико-химия процессов и материалов». В настоящее время является научным сотрудником лаборатории № 16 «Плазменных процессов в металлургии и обработке материалов» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук. В период с 2011 по 2014г проходил обучение в аспирантуре ИМЕТ РАН, где и начал работу над диссертацией по специальности 1.3.9 (01.04.08) «Физика плазмы».

Диссертация выполнена в лаборатории № 16 «Плазменных процессов в металлургии и обработке материалов» ИМЕТ РАН.

Научный руководитель: заведующий лабораторией №16 ИМЕТ РАН, кандидат технических наук Самохин Андрей Владимирович.

Официальные оппоненты:

Водопьянов Александр Валентинович, гражданство РФ, доктор физико-математических наук, доцент, заведующий отделом физики плазмы ИПФРАН, адрес: 603950, г. Нижний Новгород, ул. Ульянова, 46; e-mail: avod@ipfran.ru.

Нохрин Алексей Владимирович, гражданство РФ, доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией Диагностики материалов Научно-исследовательского физико-технического института ННГУ им. Н.И. Лобачевского, адрес: 603022, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23; e-mail: nokhrin@nifti.unn.ru

Представили положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН), адрес 142432 Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипяна д.8. В своем положительном заключении о диссертации, составленным и подписанным председателем ТС ИСМАН, главным научным сотрудником лаборатории жидкофазных СВС-процессов и литых материалов ИСМАН, доктором технических наук, профессором Юхвидом Владимиром Исааковичем, заместителем директора по науке ИСМАН, доктором технических наук Санином Владимиром Николаевичем; ученым секретарём ИСМАН, кандидатом технических наук Петровым Евгением Владимировичем и утвержденный директором ИСМАН, профессором, чл.-корр. РАН Алымовым Михаилом Ивановичем; указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, содержанию и объему проведенных исследований отвечает требованиям «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Ведущая организация делает соискателю следующие замечания:

1. В главе 1 (раздел 1.2) аналитического обзора литературы автором диссертационной работы указано: «как показывают оценки, себестоимость нанопорошков, производимых по плазменным технологиям в производственных условиях, должна незначительно отличаться от себестоимости традиционных» порошков». Данное утверждение не находит своё подтверждение в тексте диссертационной работы, отсутствуют ссылки на источники полученной информации.

2. В описание методики экспериментальных исследований (Глава 2, раздел 2.1.1) нет четкого определения, какой тип электродугового плазмотрона используется в процессах плазмохимического синтеза нанопорошков, а какой в процессах плазменной сфероидизации.

3. Выбор конструктивной схемы узла смешения дисперсного сырья с плазменным потоком автором диссертационной работы основан на необходимости интенсивного перемешивания реагентов в высокотемпературной зоне, а также обеспечения высокого ресурса непрерывной работы. Указано, что порошковое сырье транспортирующим газом подавалось в плазменную струю под углом 45° через один или два канала, при этом данный выбор не очевиден и не обоснован.

4. В главе 4 (раздел 4.1) описаны конструктивно-технологические характеристики работы электродугового плазмотрона в процессе переработки исходного оксидного дисперсного

сырья, а также указано, что энергетический вклад в процессе плазмохимического синтеза нанопорошков является важным фактором, который определяет скорость фазовых и химических превращений, а также время пребывания газодисперсной системы в высокотемпературной реакционной зоне. Было бы полезно указать временные интервалы пребывания газодисперсной системы в высокотемпературной реакционной зоне в процессах плазмохимического синтеза нанопорошков, а также в процессе плазменной сфероидизации нанопорошковых микрогранул.

5. На рисунке 86в представлена микрофотография внутренней структуры частицы сфероидизированного продукта системы W-Ni-Fe с размером зерен в диапазоне от 0,5 до 2 мкм, однако не совсем понятно, характерна ли данная структура для всех представленных частиц на рисунке 86а-б.

Ведущая организация отмечает, что сделанные замечания не снижают положительной оценки диссертации.

Официальными оппонентами были сделаны следующие замечания:

доктором физико-математических наук, доцентом Водопьяновым Александром Валентиновичем:

1. Во введении, на странице 18 впервые упоминается о соотношении никеля и железа в системе вольфрам-никель-железо. Соотношение Ni/Fe приводится без указания единиц измерения, а количество вольфрама не указано вовсе.

2. В разделе 2.2. Один из ключевых параметров описывающих работу плазмотрона - это среднемаховая температура плазменной струи. В таблице 6 указано, что значение этого параметра лежит в пределах 3500 - 10000К, но остается неясно, как можно управлять этим параметром и от чего он зависит.

3. В описании технологического процесса мало внимания уделено потерям тепла на плазмотроне. Сколько составляют эти потери?

4. Раздел 2.3, и.6. Использование результатов расчетов равновесных состояний термодинамических систем для такого нестационарного объекта как плазменная струя требует дополнительного обоснования.

5. Раздел 4.1, рисунок 34. Не ясно, каким образом измерялся КПД плазмотрона.

6. Раздел 4.3. На микрофотографии (рисунок 53) видно, что в порошке присутствуют частицы с размерами 100-300 мкм, а на распределении по размерам этого же порошка (рисунок 52) такие частицы полностью отсутствуют. Такое несоответствие нуждается в пояснении.

доктором физико-математических наук Нохриным Алексеем Владимировичем:

1. Для расчета среднего размера частиц автор использует данные о площади удельной поверхности порошков, измеренной методом БЭТ, и данные об их плотности (см. формулу на

стр. (80)). Поскольку вольфрам при высокотемпературной обработке достаточно интенсивно растворяется в γ -фазе, то определение теоретической плотности сплавов W-Ni-Fe затруднено. В частности, хорошо известно, что теоретическая плотность сплавов W-Ni-Fe, рассчитанная в предположении об аддитивности вкладов W, Ni и Fe, оказывается заметно больше экспериментально измеренной величины. Какие именно значения плотности были использованы автором при расчетах среднего размера частиц W-Ni-Fe?

2. На стр. 84 диссертации, при описании процедуры расчета процесса получения композитных наночастиц W-Ni-Fe в термической плазме, указано, что вводилось предположение о нахождении железа и никеля в состоянии идеального раствора. О каком именно идеальном растворе идет речь?

3. Представленные в Главе 3 термодинамические расчеты обосновывают возможность получения нанопорошков W-Ni-Fe в плазмохимическом реакторе, однако вопрос о параметрах получения наночастиц со структурой «ядро – оболочка» в Главе 3 не описан. Из Главы 3 не ясно, как именно, с теоретической точки зрения, следует осуществлять выбор режимов синтеза для получения частиц со структурой «ядро – оболочка». Было бы желательно, в дальнейшем, дополнить описанный на стр. 143-144 диссертации эмпирический подход к получению частиц со структурой «ядро - оболочка» соответствующими теоретическими расчетами.

4. В п.4.2.1 автор указывает, что нанопорошки вольфрама содержат не менее 1.2% кислорода, но согласно результатам рентгенофазового анализа (рис.40) оксидов вольфрама в составе нанопорошков не наблюдается. В дальнейшем, при электронно-микроскопических исследованиях нанопорошков W, автор интерпретирует обнаруженный светлый слой на поверхности наночастиц как аморфный оксид металла. Следует отметить, что на дифрактограммах аморфных материалов отсутствуют рентгеновские пики, поэтому сделанный на стр. 108 автором вывод об отсутствии оксидной фазы в порошках W нуждается в уточнении.

5. Из рис. 39в и рис. 67, на котором представлены результаты исследований нанопорошков W методом просвечивающей электронной микроскопии, видно, некоторые порошки имеют форму правильного шестиугольника с практически одинаковыми сторонами, а некоторые частицы вольфрама имеют форму, близкую к сферической. На стр. 142-143 диссертации сказано, что наличие двух типов частиц обусловлено различиями в механизмах их образования. Поскольку различия в механизмах кристаллизации частиц вольфрама должны приводить к различиям в характере их взаимодействия с железом и никелем (см. последний абзац на стр. 143), то, по-видимому, должна различаться и структура таких частиц.

6. На представленных в работе графиках и в таблицах отсутствуют погрешности измерений, что не позволяет оценить достоверность некоторых представленных данных.

Официальные оппоненты отмечают, что приведенные замечания являются дискуссионными и не снижают положительную оценку и высокую значимость выполненных исследований.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области порошковой металлургии и способностью определить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

На автореферат поступило 12 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации.

Отзыв заместителя главного технолога по перспективным разработкам АО «НПО «Прибор» имени С.С. Голембиовского», кандидата технических наук, старшего научного сотрудника Свободова Андрея Николаевича.

В качестве замечания можно отметить, что указанные автором (пункт 5, Научная новизна, Автореферат) патенты на новый материал и способ его получения, на наш взгляд, подтверждают техническую и практическую полезности работы, а не ее научную новизну.

Отзыв заведующего кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директора Научно-учебного центра СВС МИСиС-ИСМАН, доктора технических наук, профессора Левашова Евгения Александровича.

В качестве замечания следует отметить наличие немногочисленных синтаксических ошибок в тексте автореферата.

Отзыв главного научного сотрудника ИСМАН Щербакова Владимира Андреевича.

1. На стр. 4 автореферата указано, что полученные на основе системы W-Ni-Fe нанопорошки использовали для спекания методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС). Результаты испытаний опытных образцов показали, что они обладают равномерной субмикронной структурой, а их механические характеристики на 20% выше по сравнению с изготовленными по традиционной технологии из промышленного сырья. Однако в автореферате отсутствует описание размеров образцов и режимов (температуры, времени и давления) электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС), а результаты испытания физико-механических характеристик (пределы прочности при изгибе, сжатии, твердости,

модуль упругости и др.). Необходимо представить более детальные данные о физико-механических характеристиках спеченных образцах.

2. Не ясно, что понимается под «равновесным охлаждением реагирующей системы».
3. Нанопорошки на основе системы W-Ni-Fe получали в потоке термической плазмы электродугового разряда в неадиабатических условиях. Не ясно несколько обоснованным является проведение термодинамических расчетов равновесных энерготехнологических характеристик для изобарно-изотермических условий в диапазоне температуры от 400 до 5000К? Учитывалось ли при проведении расчетов реальное распределение температуры в реакторе и уровень теплопотерь?

Отзыв руководителя научного отдела материаловедения ИМЕТ УрО РАН, профессора, д.ф-м.н. Гельчинского Бориса Рафаиловича, старшего научного сотрудника ИМЕТ УрО РАН, доцента, к.т.н. Михеенкова Михаила Аркадьевича.

Для электродуговых плазмотронов обычно характерно повышение КПД при увеличении расхода плазмообразующего газа. С чем связан установленный автором обратный эффект при увеличении расхода водорода?

Отзыв заведующего отделением научной информации по проблемам машиностроения и транспорта ВИНТИ РАН, к.т.н. Гречикова Михаила Игоревича.

В качестве замечания можно отметить следующее: в автореферате указано, что в работе было испытано два варианта подачи сырья через один или два канала под углом 45 градусов в плазменную струю, однако ничего не сказано, какой вариант эффективней или они равнозначны.

Отзыв старшего научного сотрудника Научно-исследовательского института ядерной физики имени Д.В. Скобельцына Московского государственного университета имени М.В.Ломоносова (НИИЯФ МГУ), кандидата технических наук Макунина Алексея Владимировича.

1. Полученные результаты носят скорее феноменологический характер и не оформлены в виде параметрических зависимостей от технологических параметров.

2. Несмотря на значительный объем фактического материала, низка доля его статистической проработки, что затрудняет объективную оценку приведенных метрологических данных об объектах исследования.
3. В автореферате не достаточно детально отражены стадии механизма формирования композитных наночастиц системы W-Ni-Fe в термической плазме.

Отзыв доцента Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ», к.т.н. Сучкова Алексея Николаевича.

1. В представленных в автореферате таблицах №1-4 используются различные системы единиц (Дж и кВт*ч).
2. Порошки с размерами частиц 500 нм относятся к субмикронным порошкам.

Отзыв профессора кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» Волгоградского государственного технического университета, доктора технических наук Зорина Ильи Васильевича.

К замечаниям можно отнести отсутствие в автореферате сведений о разработанных технических условиях, регламентирующих требования к характеристикам и контролю качеству разработанных порошковых материалов.

Отзыв старшего научного сотрудника Московского высшего общевойскового командного училища, профессора, доктора технических наук Лыкова Алексея Михайловича.

1. В автореферате слишком много места уделено описанию известных систем плазменного нагрева реагентов.
2. Из автореферата не видно, как создание наноструктуры псевдосплава влияет на удорожание конечного продукта по сравнению с традиционным материалом, в т. ч. и наличие кислорода в нанопорошке.
3. Желательно было бы привести параметры процесса и характеристики нанопорошка псевдосплава, при которых достигаются наилучшие эксплуатационные показатели конечного изделия.
4. Полученные патенты РФ не могут быть отнесены к научной новизне работы.

Отзыв директора научно-учебного центра Сварки и Контроля при МГТУ им. Н. Э. Баумана, доктора технических наук Коберника Николая Владимировича.

1. В автореферате указано, что в качестве плазмообразующих газов использовались: аргон; азот; водород, а также их смеси, а в качестве транспортирующего газа для подачи исходного дисперсного сырья в плазменную струю использовался азот, водород, а также их смеси. Однако не указаны соотношения газов при использовании смесей, а также нет информации о том, как такие смеси получали.
2. Из текста автореферата не ясно, чем обоснован выбор угла наклона канала подачи сырья в плазменную струю (45°) при проведении исследований по поиску наиболее эффективной конструктивно-технологической схемы узла смешения газодисперсной струи сырья с плазменным потоком.
3. В выводе 4 сказано: «Установлено, что структура получаемых композитных наночастиц системы W-Ni-Fe характеризуется как «ядро-оболочка», где ядро — вольфрам, а оболочка, толщиной от 2 до 5 нм — трёхкомпонентный сплав W-Ni-Fe». Одновременно на странице 23 автореферата указано: «В результате формируются наноструктуры типа «ядро — оболочка», в которых ядром является вольфрам, а оболочкой — сплав никеля и железа». Остается не ясным, какой состав имеет оболочка ядра в структуре композиционных наночастиц.

Отзыв научного сотрудника АО «Гиредмет» имени Н.П. Сажина, к.т.н, Котлярова Владимира Ивановича.

В качестве замечания можно отметить следующее: в автореферате указано, что высокая температура газа и высокие скорости потока плазмы могут обеспечить эффективный и универсальный способ получения металлических нанопорошков, различных неорганических соединений, а также композитов в контролируемой газовой атмосфере - инертной. Высокие скорости потоков термической плазмы могут оказывать отрицательное воздействие на процесс плазмохимического синтеза нанопорошков.

Отзыв главного научного сотрудника института физики металлов имени М.Н Михеева Уральского отделения РАН, д.ф.-м.н., профессора Ермакова Анатолия Егоровича.

Замечаний нет.

На все критические замечания даны исчерпывающие и подробные ответы (см. стенограмму).

Основное содержание выполненной работы соискателем в полной мере изложено в 22-х печатных работах: 20 статей опубликовано в рецензируемых журналах, из них 3 статьи в журналах, рекомендованных ВАК, 2 статьи в журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus; 14 статей в сборниках материалов конференций; 2 патента РФ на изобретения. Основные результаты проведенных исследований были доложены и обсуждены на научных конференциях международного уровня.

Наиболее значимые публикации по теме диссертационной работы:

1. Фадеев, А.А. Получение композитных нанопорошков W–Ni–Fe в термической плазме дугового разряда / А.А. Фадеев, А.В. Самохин, Н.В. Алексеев, Ю.В. Цветков // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. 2013. № 2(2). С. 66–71.

2. Цветков, Ю.В. Сфероидизация металлических порошков в термической плазме электродугового разряда / Ю.В. Цветков, А.В. Самохин, А.А. Фадеев, Н.В. Алексеев, В.И. Котляров // Технология легких сплавов. 2016. № 2. С. 19–24..

3. Krasovskii, P.V. Alloying effects and composition inhomogeneity of plasma-created multimetallic nanopowders: a case study of the W–Ni–Fe ternary system / P.V. Krasovskii, A.V. Samokhin, A.A. Fadeev, M.A. Sinayskiy, S.K. Sigalaev // Journal of alloys and compounds. 2018. № 750. P. 265–275.

4. Samokhin, A. Nanopowders Production and Micron-Sized Powders Spheroidization in DC Plasma Reactors / A. Samokhin, N. Alekseev, M. Sinayskiy, A. Astashov, D. Kirpichev, A. Fadeev, Y. Tsvetkov, A. Kolesnikov // Powder Technology. 2018. Chapter 1. P. 1–18.

Диссертационный совет отмечает, что **теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:** впервые предложен и экспериментально исследован процесс получения нанопорошков системы W-Ni-Fe с массовым соотношением элементов (W:Ni:Fe) = 90:7:3, состоящих из композитных частиц сферической формы, при восстановлении смеси оксидов металлов или смеси оксида вольфрама с металлами в потоке водородсодержащей термической плазмы электродугового разряда. В результате проведенных экспериментальных исследований процессов плазмохимического синтеза нанопорошков индивидуальных металлов (вольфрама и никеля), а также нанопорошков системы W-Ni-Fe определено, что основными параметрами, влияющими на их дисперсный состав, являются энтальпия плазменной струи, расход дисперсного сырья и способ ввода сырья в плазменный поток. Показана возможность управления дисперсным составом получаемых нанопорошков в диапазоне изменения удельной поверхности от 0,6 до 10,3 м²/г. С использованием комплекса локальных и поверхностно-чувствительных

методов химического анализа проведена аттестация полученных нанопорошковых материалов. Установлено, что структура получаемых композитных наночастиц системы W-Ni-Fe характеризуется как «ядро-оболочка», где ядро – вольфрам, а оболочка, толщиной от 2 до 5 нм – трёхкомпонентный сплав W-Ni-Fe. Форма наночастиц преимущественно сферическая. Элементы никель и железо равномерно распределены по поверхности всех частиц вольфрама.

Разработан и обоснован механизм формирования композитных наночастиц системы W-Ni-Fe со структурой «ядро-оболочка» при их получении в термической плазме электродугового разряда в результате химической соконденсации паров металлов из газовой фазы.

Впервые проведены испытания конструктивно-технологической схемы процесса электродуговой плазменной сфероидизации нанопорошковых микрогранул системы W-Ni-Fe, изготовленных на основе полученных нанопорошков. Установлено, что плазменная обработка нанопорошковых микрогранул системы W-Ni-Fe приводит к получению частиц сферической формы в диапазоне размеров от 20 до 50 мкм и с субмикронной внутренней структурой с размером зерен вольфрама в диапазоне от 0,5 до 2 мкм.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

1. Получен патент РФ на изобретение «Сферический порошок псевдосплава на основе вольфрама и способ его получения» (Патент РФ № 2707455 от 26.11.2019).
2. Получен патент РФ на изобретение «Плазменная установка для сфероидизации металлических порошков в потоке термической плазмы» (Патент РФ № 2756327 от 29.09.2021).
3. Получен патент РФ на изобретение «Способ получения узкофракционных сферических порошков из жаропрочных сплавов на основе алюминидов никеля» (Патент РФ №2681022 от 26.06.2018).
4. Полученные в работе научные результаты использованы при разработке в ООО «НПО «Металл» электродного материала марки СТИМ-ЗБВн, модифицированного тугоплавкими нанодисперсными компонентами. Детали из титанового сплава ВТ 20 типа «Фланец», «Стакан», «Обтюратор», упрочненные электродными материалами марки СТИМ-ЗБВн прошли стендовые ресурсные испытания в полном объеме и рекомендованы для внедрения в технологический процесс изготовления авиационного двигателя 117С, разработанного научно-техническим центром им. А. Люльки ОАО «НПО «Сатурн» (г. Москва). В настоящее время данные электродные материалы марки СТИМ-ЗБВн поставляются на предприятия: Публичное акционерное общество «ОДК-Уфимское моторостроительное производственное объединение» (ПАО «ОДК-УМПО»;

- г. Уфа); Лыткаринский машиностроительный завод – филиал ПАО «ОДК-УМПО» (г. Лыткарино, Московская область); Акционерное общество «Научно-производственный центр газотурбостроения «Салют» (г. Москва).
5. Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения проекта по теме «Разработка технологии и оборудования для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения с целью перехода промышленности Российской Федерации к новому типу производства продукции в рамках шестого технологического уклада», выполняемого в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы». В результате выполнения проекта спроектирована, изготовлена и введена в эксплуатацию в АО «Гиредмет» экспериментальная установка плазменной сфероидизации металлических порошков.
 6. Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения НИОКР по теме: «Разработка и изготовление экспериментального образца лабораторной установки плазменной сфероидизации порошка титана» по Договору поставки научно-технической продукции, заключенному между ИМЕТ РАН и Институтом высоких технологий, Харбин, КНР.
 7. Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения работ по Договору на поставку и монтаж установки плазменной сфероидизации металлического порошка ИМЕТ УПСМ3050. В результате выполнения проекта спроектирована, изготовлена и испытана установка плазменной сфероидизации металлического порошка в ФГУП «ВИАМ».

Оценка достоверности полученных результатов исследования выявила, что:

- результаты экспериментальных исследований получены автором в результате большого объема проведенных исследований с использованием современных и классических методов и методик;
- для экспериментальных работ использовали сертифицированное оборудование, современные методы физико-химического анализа: химического, спектрального, оптической и электронной микроскопии.

Личный вклад соискателя состоит в постановке целей и задач исследования, планировании и проведении экспериментов, включая обработку и анализ полученных результатов, обработку исходной информации по литературному обзору, формулирование выводов, рекомендаций и подготовку основных публикаций по выполненной работе, в апробации результатов работы на российских и международных конференциях.

