

« У Т В Е Р Ж Д А Ю »



ВРИО директора ИПХФ РАН,
профессор, д.ф.-м.н.

И.В. Ломоносов

02» октября 2019 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации «Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химической физики Российской академии наук» на диссертационную работу Бажина Павла Михайловича на тему: «Самораспространяющийся высокотемпературный синтез в условиях сдвигового высокотемпературного деформирования для получения композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений», представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.06 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность темы исследования

Разработка и создание новых композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений с улучшенными физико-механическими характеристиками представляют значительный научный и практический интерес. Для получения указанных материалов широко используются традиционные методы переработки исходных порошковых реагентов, технологические операции которых зачастую длительны по времени и энергоемки, при этом используется дорогостоящее оборудование, предъявляются повышенные требования к чистоте исходных реагентов. Перспективной и энергоэффективной технологией получения материалов и изделий является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), который основан на использовании химической энергии, выделяемой

в процессе экзотермического взаимодействия между исходными компонентами, что обеспечивает значительные технологические преимущества в сравнении с существующими энергоемкими, промышленно развитыми технологиями.

С целью получения компактных материалов и изделий с минимальной пористостью в одну технологическую операцию процесс СВС необходимо сочетать с деформационным воздействием. В связи с этим актуальным направлением в технологии СВС является сочетание процессов горения с высокотемпературным сдвиговым деформированием образующихся композиционных материалов (СВС-экструзия, свободное СВС-сжатие, СВС-измельчение). Чрезвычайную важность при этом приобретает изучение закономерностей структурообразования и формования готовых изделий из порошковых материалов в указанных условиях. Задача получения компактных композиционных материалов и изделий в одну технологическую операцию представляет большой интерес как с фундаментальной, так и с практической точки зрения. Таким образом, не вызывает сомнений актуальность темы диссертационной работы П.М. Бажина, посвященной разработке научных и технологических основ процессов СВС в условиях сдвигового высокотемпературного деформирования для получения композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений с заданными функциональными характеристиками для нужд различных отраслей промышленности.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитированной литературы из 353 наименований, изложена на 380 страницах машинописного текста, содержит 272 рисунка и 52 таблицы.

Во введении обоснована актуальность выбранного направления, сформулирована цель и задачи исследований, научная новизна и

практическая значимость полученных результатов, указаны положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассмотрены современные направления практического использования деформации и формования для получения готовых изделий. Представлен обзор теоретических и экспериментальных работ в области СВС-экструзии. Дано описание разработанного диссертантом реологического подхода к нахождению оптимальных условий прессования порошковых шихтовых материалов. На основе полученных теоретических и экспериментальных результатов изучена конкуренция процессов сдвигового высокотемпературного деформирования и объемного уплотнения композиционных материалов при сочетании процесса СВС и сдвигового высокотемпературного синтеза, на примере СВС-экструзии. Изучено влияние сдвигового высокотемпературного деформирования на микроструктуру, свойства и размеры структурных составляющих синтезируемого материала.

Во второй главе проведено изучение современных задач развития СВС-экструзии для получения материалов на основе МАХ-фазы, керамических материалов с наноразмерной структурой, интерметаллидов, материалов группы СТИМ и др. Представлены новые экспериментальные схемы, реализующие многоступенчатое обжигание синтезированного материала, созданы новые технологические устройства. На основе проведенных теоретических и экспериментальных работ установлено влияние ключевых технологических и конструкционных параметров процесса СВС-экструзии на структуру и свойства материалов на основе МАХ-фазы системы Ti-Al-C, керамических материалов на основе TiC-TiB₂-ZrO₂-Al₂O₃ с наноразмерной структурой, материалов группы СТИМ, интерметаллидов на основе Ni-Al. Приведены результаты численных и экспериментальных исследований температурных полей при СВС-экструзии в изучаемых материалах. Измерены физико-механические характеристики полученных длинномерных стержней: микротвердость, модуль упругости, электросопротивление, предел прочности на изгиб, на растяжение и др.

В третьей главе предложен и разработан метод свободного СВС-сжатия для изучения формуемости композиционных материалов из порошков тугоплавких соединений в условиях сочетания процессов горения и высокотемпературного сдвигового деформирования для получения компактных плит, пластин и макрослойных композиционных материалов. Рассмотрены 3 класса СВС-материалов в зависимости от соотношения их температуры горения и плавления исходных компонентов и продуктов горения в ходе синтеза. Экспериментально для изучаемых материалов установлен общий характер зависимости степени деформации синтезированного материала от времени задержки перед приложением давления. Показано, что методом свободного СВС-сжатия возможно получение компактных плит и пластин при использовании прессового оборудования с малым усилием (менее 50 МПа). Получены компактные пластины размерами 140×100×10 мм, 120×80×8 мм и 80×40×8 мм, в том числе, со сложной геометрией. Разработана специальная пресс-оснастка с подвижными боковыми границами, использование которой приводит при сжатии к равномерному распределению усилий по всей высоте деформируемого материала. Показано, что использование предложенной конструкции позволяет получить изделия с варьируемыми размерами, в том числе, с отношением высоты к диаметру исходной заготовки свыше 2 при использовании гидравлических прессов с малым усилием (менее 50 МПа).

В четвертой главе изучены особенности влияния давления со сдвигом на продукты синтеза порошковых материалов на основе TiC, TiB₂, MoSi₂ в условиях процесса СВС-измельчения. Разработаны две модификации установок, реализующие указанные условия: открытый и закрытый тип реактора непрерывного действия. Проведено исследование влияния технологических параметров процесса: давление подачи ротора, скорость вращения ротора, длительность задержки перед деформированием (время от завершения горения исходной заготовки до момента приложения сдвигового деформирования) на структуру и качество синтезированного порошка.

В пятой главе изучены практические приложения разработанных композиционных материалов и изделий. Изучены зависимости суммарной эрозии анода и суммарного привеса катода от удельного времени легирования, энергии разряда при электроискровом легировании (ЭИЛ) и состава СВС-электрода: керамические материалы на основе TiB_2 - TiC - Al_2O_3 - ZrO_2 , МАХ-фазы состава $Ti-Al-C$, интерметаллидов на основе $NiAl$, СТИМ. Установлено, что благодаря особенностям процесса ЭИЛ и наличию наноразмерной исходной структуры СВС-электродных материалов, на поверхности покрытия образуются наноразмерные кристаллиты. Развито новое практическое направление использования СВС-электродов для нанесения защитных покрытий методом электродуговой наплавки (ЭДН), в результате чего в наплавленном покрытии получено до 70-80 масс.% карбидной фазы. Изучены особенности строения и фазового состава защитных покрытий, полученных методами ЭИЛ и ЭДН в зависимости от технологических параметров процесса, материала электрода и подложки. Изучены физико-механические и трибологические характеристики полученных защитных покрытий, проведены промышленные и полевые испытания обработанных деталей и инструментов. Подготовлены опытные партии цилиндрических образцов из материалов на основе МАХ-фазы состава Ti_3AlC_2 и Ti_2AlC диаметром 8-10 мм и длиной 50-100 мм и плиты размерами 150 x 100 мм и толщиной 3-10 мм для электрохимических испытаний. Нароботаны опытные партии порошков на основе $MoSi_2$ для их дальнейшего практического использования при создании жаростойких композиционных материалов методом внутренней кристаллизации.

В заключении представлены общие выводы по диссертационной работе.

В приложении приведены документы (протоколы испытаний, акты), подтверждающие успешное апробирование и практическое внедрение результатов работы.

Значимость работы для науки заключается в развитии нового научного направления: СВС в условиях сдвигового высокотемпературного деформирования, которое способствует развитию и созданию новых передовых технологий (СВС-экструзия, СВС-измельчение, СВС-сжатие), сочетающих процессы синтеза посредством горения со сдвиговым высокотемпературным деформированием для получения композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений.

1. Впервые выявлены закономерности влияния сдвигового высокотемпературного деформирования на микроструктуру и размеры структурных составляющих синтезируемых керамических материалов. Проведено сопоставление полученных результатов в условиях СВС без приложения внешних усилий и при СВС-экструзии, свободном СВС-сжатии и СВС-прессовании. Показано, что особенности сочетания горения со сдвиговым высокотемпературным деформированием, позволяют эффективно управлять структурой и составом синтезируемых материалов, получать материалы и изделия с заданными свойствами.

2. Впервые установлены общие закономерности процесса формования и связанного с ним процесса структурообразования в синтезированных СВС-материалах. Дано определение критерия формуемости, как способности синтезированного материала к высокотемпературному сдвиговому деформированию, непривязанное к конкретному технологическому способу получения изделий.

3. Впервые исследованы особенности самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в условиях воздействия давления со сдвигом в реакторах, реализующих принципы ограниченного и непрерывного воздействия на продукты горения. Установлено влияние давления со сдвигом на процесс СВС, свойства и качество синтезированных порошков на основе TiC, TiB, TiB₂, MoSi₂.

4. Впервые предложен и реализован реологический подход для изучения особенностей деформирования порошковых шихтовых материалов.

Изучена кинетика деформирования при одноосном холодном прессовании, установлены механизмы деформирования порошковых материалов, определены их реологические свойства в зависимости от скорости деформирования, дисперсности и состава исходного порошкового материала, найдены оптимальные значения плотности шихтовых заготовок.

5. Раскрыто влияние ключевых параметров СВС-экструзии: технологических (время задержки перед приложением давления, давление прессования, скорость перемещения плунжера прессы, время выдержки синтезированного материала под давлением, температура нагрева) и конструкционных (геометрические параметры формующей матрицы, наличие теплоизоляции) на структуру и свойства материалов на основе МАХ-фазы системы Ti-Al-C, керамических материалов с наноразмерной структурой, материалов группы СТИМ, интерметаллидов.

6. Разработаны новые экспериментальные схемы СВС-экструзии с многоступенчатым обжатию синтезированного материала. На основе математических моделей тепловых режимов СВС-экструзии, позволяющих анализировать температурные поля по длине и по радиусу экструдированного образца, сделан прогноз и даны рекомендации по влиянию технологических и конструктивных параметров для обеспечения благоприятных условий получения изделий. Проведено качественное сопоставление теоретических и экспериментальных результатов.

7. Впервые разработаны принципы и приемы получения укрупненных изделий из композиционных керамических материалов в условиях сочетания процессов горения со сдвиговым высокотемпературным деформированием при использовании гидравлических прессов с малыми усилиями (менее 100 МПа). Изучена структура, физико-механические и эксплуатационные характеристики полученных изделий из материалов на основе МАХ-фазы системы Ti-Al-C, керамических материалов с наноразмерной структурой, материалов группы СТИМ, интерметаллидов.

8. Выявлены закономерности формирования легированных и наплавленных слоев полученными методом СВС-экструзии электродами при электроискровом легировании и электродуговой наплавки, установлены особенности строения защитных покрытий в зависимости от способа нанесения покрытия, материала электрода, технологических режимов, изучены их физико-механические и эксплуатационные характеристики, в том числе, в реальных производственных и полевых условиях.

Значимость работы для производства состоит в том, что по результатам теоретических и экспериментальных исследований:

- разработаны новые способы получения: материалов на основе Ti-Al-C (патент № 2479384 РФ), керамических изделий с наноразмерной структурой (патент № 2414991 РФ), керамических полых стержней (патент № 2663514 РФ), длинномерных цилиндрических стержней из материалов на основе Ti-Al-C (патент № 2668638 РФ), дисперсно-упрочненного композиционного электродного материала для электроискрового легирования и электродуговой наплавки (патент № 2623942 РФ), плит из керамических и композиционных материалов (патент № 2657894 РФ).

- получены укрупненные плиты, пластины и длинномерные цилиндрические стержни на основе МАХ-фазы системы Ti-Al-C, материалов группы СТИМ, керамических материалов с наноразмерной структурой, интерметаллидов.

- наработаны опытные партии изделий различного состава: СВС-электродные материалы для электроискрового легирования и электродуговой наплавки на основе карбидов, боридов и др., анодов для электрохимических производств, а также опытные партии порошковых материалов на основе MoSi_2 , TiC, TiB, TiB_2 для их дальнейшего практического использования при создании жаростойких композиционных материалов и при магнитно-абразивной обработке.

- разработаны установки для получения твердосплавных электродов для электроискрового легирования методом СВС-экструзии (патенты РФ № 93712, № 56236).

- разработаны дисперсно-упрочненные композиционные СВС-электродные материалы, используя которые, удалось получить защитный наплавленный слой с содержанием карбидной фазы до 80%. Результаты этой разработки нашли применение для решения задач сельхозмашиностроения при упрочнении деталей машин и механизмов, подвергающихся интенсивному трению (почвообрабатывающие агрегаты, дробилки зерна и кормов и др.) и разрушающему воздействию агрессивных сред (минеральные удобрения, транспорт, почва и др.).

Высокая практическая ценность результатов диссертационной работы подтверждается их успешным апробированием и внедрением на ГНУ ВНИИТиН г. Тамбов, ЗАО «Мелита-К» г. Казань, ООО «РУСАЛ ИТЦ» г. Красноярск, ОАО «ММП им. В.В. Чернышева» г. Москва, ООО «Тамбовский ИТЦ Машиностроения» г. Тамбов, ООО «Фотон» (г. Воронеж), ООО «Эласт» (г. Тамбов); сельскохозяйственных предприятиях: АО «Хреновский конный завод» (Воронежская область), ООО «Юпитер» (Орловская область), а также в ФГБУН ИФТТ РАН (г. Черноголовка), НОЦ «Твердофазные технологии» (г. Тамбов) и др.

Достоверность и обоснованность полученных результатов обеспечена:

- корректностью постановки цели и определения задач диссертационного исследования;

- использованием высокоточного современного оборудования и классических современных экспериментальных методов исследования материалов;

- качественным и количественным согласованием результатов теоретических и расчетных исследований с представленными экспериментальными результатами автора;

- воспроизводимостью экспериментальных данных, качественным и количественным соответствием полученных результатов с результатами других исследователей в данной области.

Замечания по работе

Наряду с достоинствами работы, отмеченными выше, можно высказать некоторые замечания:

1. На стр. 221 автор называет разработанные установки «реактором вытеснения» и «реактором смешения». Это не совсем корректно, поскольку термины традиционно используются для несколько иных принципиальных схем процесса.

2. Автор часто использует термин «крупногабаритные изделия», подразумевая при этом размеры порядка сотни миллиметров. Наверное, для изучаемых процессов такие размеры можно считать крупными, однако используемый термин немного режет ухо неспециалистам в данной отрасли.

3. В разделе 1.3, при описании численной расчетной схемы для решения задачи не сказано, какой тип схемы (явный или неявный) был использован. Это может быть важным, поскольку от типа схемы сильно зависит достоверность результатов расчета.

4. Некоторые заголовки раздела в тексте диссертации немного отличаются от заголовка в оглавлении, например п. 2.3.

5. На рис. 166 (стр. 228) на зависимости выхода продукта от частоты вращения ротора заметен небольшой перегиб при частоте ~800 об/мин, однако его происхождение и возможные физические причины возникновения никак не оговорены в тексте диссертации.

Сделанные замечания носят рекомендательный характер и не снижают научной и практической ценности представленной диссертационной работы.

Общее заключение

Диссертация Бажина Павла Михайловича «Самораспространяющийся высокотемпературный синтез в условиях сдвигового высокотемпературного деформирования для получения композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений» является самостоятельной, законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании полученных автором результатов исследований изложены научно-обоснованные технические решения по созданию и применению новых композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие экономики страны. Считаем, что представленная диссертационная работа отвечает всем критериям, установленным п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» постановления правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г., а ее автор, Бажин Павел Михайлович, достоин присуждения ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.06 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

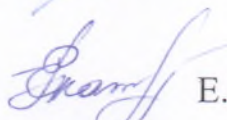
Доклад по диссертационной работе Бажина Павла Михайловича на тему «Самораспространяющийся высокотемпературный синтез в условиях сдвигового высокотемпературного деформирования для получения композиционных материалов и изделий на основе тугоплавких соединений» заслушан на научном семинаре «Макрокинетика и процессы горения» Секции №1 Ученого совета ИПХФ РАН (протокол №4 от 23.04.2019). Настоящий отзыв обсужден и одобрен семинаром.

Председатель семинара



д.ф.-м.н. С.В. Глазов

Секретарь семинара



Е.Н. Пилипенко