



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Самарский государственный
технический университет»
(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

ул. Молодогвардейская, 244,
гл. корпус, г. Самара, 443100
Тел.: (846) 278-43-11, факс (846) 278-44-00
E-mail: rector@samgtu.ru
ОКПО 02068396, ОГРН 1026301167683,
ИНН 6315800040, КПП 631601001

Председателю экспертного совета НИТУ «МИСиС»

по специальностям:

05.16.02 - Metallurgy of black, colored and
rare metals (technical sciences),

05.16.06 - Powder metallurgy and
compositional materials (technical sciences),

25.00.13 - Enrichment of useful minerals
(technical sciences)

Левашову Евгению Александровичу

119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4

05.09.19 № 01.10.05/3100

На № _____ от _____

Направляем отзыв ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» как ведущей организации на диссертационную работу Авдеенко Евгения Николаевича на тему: «Разработка нового поколения иерархических крупнозернистых твердых сплавов с особо однородной структурой», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Приложение: Отзыв в 2-х экз., на 8 листах каждый.

Первый проректор-
проректор по научной работе,
доктор технических наук, профессор

М.В. Ненашев

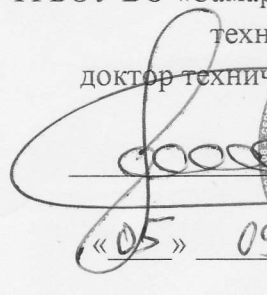


МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Самарский государственный
технический университет»
(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

ул. Молодогвардейская, 244,
гл. корпус, г. Самара, 443100
Тел.: (846) 278-43-11, факс (846) 278-44-00
E-mail: rector@samgtu.ru
ОКПО 02068396, ОГРН 1026301167683,
ИНН 6315800040, КПП 631601001

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый проректор -
проректор по научной работе
ФГБОУ ВО «Самарский государственный
технический университет»,
доктор технических наук, профессор


М. В. Ненашев
«05» 09 2019 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

о научно-практической ценности диссертации

Авдеенко Евгения Николаевича

на тему: «Разработка нового поколения иерархических крупнозернистых твердых сплавов с
особо однородной структурой»

на соискание учёной степени кандидата технических наук
по специальности 05.16.06 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Актуальность темы

В настоящее время особое внимание уделяется созданию твердых сплавов с улучшенными эксплуатационными характеристиками в строительстве и горнодобывающей промышленности. Для бурения и резания горных пород используются крупнозернистые твердые сплавы группы ВК, поскольку они обладают уникальным сочетанием твердости/износостойкости и прочности/трещиностойкости. Высокие значения твердости и трещиностойкости имеет принципиальное значение для эффективной работы инструмента. Особенностью некоторых регионов Российской Федерации является пониженные температуры до -60°C , при которой происходит снижение пластичности твердого сплава и быстрого разрушения материала, а также невозможность использовать водяное охлаждение во время работы инструмента.

Актуальность диссертационной работы заключается в разработке крупнозернистых твердых сплавов, обладающих особо однородной структурой с округлыми зернами карбида вольфрама и наномодифицированной кобальтовой связкой, упрочненной высокомолекулярными наночастицами. Свойства твердых сплавов в широком диапазоне можно варьировать путем

изменения содержания кобальта и среднего размера зерна карбидной фазы, однако данные приемы не позволяют одновременно увеличить твердость и трещиностойкость сплава. Таким образом, износостойкость и трещиностойкость являются взаимоисключающими свойствами. Поэтому при использовании традиционных подходов увеличение одного из свойств возможно только за счет снижения второго. Перспективным и бурно развивающимся направлением являются создание твердых сплавов с однородным размером карбидных зерен, которые имеют округлую форму, а также наномодифицирование связующей кобальтовой фазы высокомолекулярными частицами.

Предложенные Авдеенко Е. Н. новые научные положения строго аргументированы, обоснованы как теоретически, так и подтверждены практически и экспериментально. Приведенные достоверные научные результаты могут быть использованы для решения многих научных и прикладных задач. Диссертационная работа Е. Н. Авдеенко на тему: «Разработка нового поколения иерархических крупнозернистых твердых сплавов с особо однородной структурой» посвящена вышеуказанной проблематике, её постановка отражает мировые тенденции в области разработки методов получения крупнозернистых твердых сплавов. В представленной работе разработан способ получения узкофракционного порошка карбида вольфрама заданного гранулометрического состава, изучены процессы фазо- и структурообразования, разработаны новые составы твердых сплавов, а полученные знания позволяют эффективно управлять структурой и свойствами конечных продуктов и изделий. Актуальность работы подтверждается выполнением ее в рамках соответствующей федеральной целевой научно-технической программы по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России.

Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, 8 глав, общих выводов, списка использованных источников и 8 приложений. Диссертация изложена на 147 страницах, содержит 21 таблицу, 70 рисунков, 7 формул. Список использованной литературы содержит 125 источников.

Во введении дана общая характеристика работы: ее актуальность, основные цели и задачи, научная и практическая значимость полученных результатов, а также положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации представляет собой аналитический обзор литературы, в котором приведены общие сведения о твердых сплавах системы WC-Co, обоснован выбор использования крупнозернистых твердых сплавов для горнодобывающей промышленности. Проведен анализ способов получения порошков карбида вольфрама различной дисперсности и рассмотрены различные методы его синтеза. Проведен сравнительный анализ структуры и

механических свойств крупнозернистых твердых сплавов. На основании детального анализа отобранных данных выбран метод легирования сплавов WC-Co порошком карбида тантала и предложена методика получения наномодифицированной связки путем снижения содержания углерода в тройной системе W-C-Co. Проведенный литературный обзор, безусловно, свидетельствует о высокой эрудиции диссертанта и его детальном знакомстве не только с отечественной, но и с иностранной литературой по обсуждаемым проблемам.

Во второй главе описаны используемые в работе исходные материалы и их основные характеристики, метод получения деагломерированного узкофракционного порошка карбида вольфрама, включающий в себя размол в шаровой вращающейся мельнице и воздушно-центробежную классификацию, а также методика получения крупнозернистых твердосплавных смесей и изделий из них. Автором рассмотрены методики экспериментальных исследований фазового и химического состава, свойств получаемых материалов, в том числе оптическая, сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, рентгеноструктурный фазовый анализ, методики определения твердости, трещиностойкости, магнитных свойств, определения прочности при трехточечном изгибе при комнатной и отрицательной температуре ($-60\text{ }^{\circ}\text{C}$), деформации твердых сплавов при различных нагрузках и температурах, испытания по определению удельного износа. Кроме того, подробно описана методика стендовых по разрушению гранита и бетона инструментом, оснащенным разработанным твердым сплавом.

В третьей главе представлены результаты по разработке способа получения узкофракционных порошков карбида вольфрама с предварительным размолем в шаровой вращающейся мельнице и последующей классификацией. Проведено комплексное исследование исходного порошка карбида вольфрама, изучена его морфология и структура, фазовый и гранулометрический состав, а также исследован средний размер зерна и агломерата порошка. Исследованы различные режимы размола в шаровой вращающейся мельнице порошка карбида вольфрама, при котором происходит полная деагломерация порошка карбида вольфрама. Исследования гранулометрического состава порошков после классификации, показали, что оптимальный режим классификации позволяет получать узкофракционный порошок карбида вольфрама с содержанием целевой фракции размером 5-15 мкм в количестве 94%.

В четвертой главе приведены результаты исследования эволюции микроструктуры, элементного состава и свойств сплавов модельных высококобальтовых сплавов, моделирующих связующую фазу крупнозернистых твердых сплавов. По результатам исследования элементного состава γ -фазы установлено, что концентрация растворенного вольфрама в кобальтовой фазе сильно зависит от общего содержания углерода в сплаве, не зависит от содержания TaC. Установлено, что в сплавах с пониженным и повышенным

содержанием углерода легированные карбидом тантала приводит к росту коэрцитивной силы и снижению магнитного насыщения, что связано с выделением немагнитной танталсодержащей фазы. Исследования твердости связующей фазы показали, что рост концентрации TaC в высокоуглеродистых образцах не приводит к повышению твердости связки, а в модельных сплавах с пониженным содержанием углерода и различной концентрацией легирующей добавки TaC возрастает до 9,2 ГПа, что обусловлено твердорастворным упрочнением за счет увеличения концентрации растворенного вольфрама.

В пятой главе проведены исследования влияния режимов вакуум-компрессионного спекания на структуру и свойства твердых сплавов с пониженным содержанием углерода, в составе которых также присутствовали легирующие добавки карбида тантала. Разработаны новые составы твердых сплавов, в которых формируется двухфазная структура, состоящая из округлых зерен WC и γ -фазы, характеризующаяся высокой концентрацией вольфрама. По результатам проведенных исследований сплавов с пониженным содержанием углерода и добавкой карбида тантала установлено, что максимальные значения твердости и трещиностойкости достигают 11,1 ГПа и $16,0 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, при этом сплав стандартный сплав ВК6-В имеет твердость и трещиностойкость равную 10,3 ГПа и $15,2 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, соответственно.

Шестая глава посвящена исследованию влияния термической обработки на структуру, механические и магнитные свойства твердых сплавов с пониженным содержанием углерода и добавкой карбида тантала. Оптимальный режим термической обработки позволяет повысить твердость и трещиностойкость сплавов. Анализ тонкой структуры сплавов после термообработки, позволил обнаружить в связующей фазе наночастицы в форме нанопластинок с поперечным размером 1-4 нм, кристаллическая структура которых существенно отличается от кристаллической структуры матричной фазы.

В седьмой главе исследованы механические, трибологические и магнитные свойства крупнозернистых твердых сплавов с иерархической структурой и сопоставлены со свойствами промышленно выпускаемым крупнозернистым твердым сплавом ВК6-В. Установлено повышение предела прочности при трехточечном изгибе при комнатной и отрицательной температуре, увеличение твердости и трещиностойкости, твердость связующей фазы. Измерения износостойкости показали, что твердые сплавы с наномодифицированной связкой обладают увеличенной стойкости к абразивному износу в 1,9 раз.

В восьмой главе приведены результаты стендовых испытаний инструмента, оснащенного твердым сплавом с наномодифицированной связкой. Сравнительный анализ износа инструмента, оснащенного крупнозернистыми твердыми сплавами с наномодифицированной связкой и стандартного твердого сплава ВК6-В показал, что горные резцы, оснащенные иерархическими крупнозернистыми твердыми сплавами с

наномодифицированной связкой, имеют износостойкость в 1,8 раз выше при обработке гранита и в 2 раза выше при обработке бетона. По результатам термомеханических испытаний установлено, что в интервале температур 415-815 К при нагрузке 1900 МПа разработанный сплав ВК6СН обладает значительно меньшей (от 4 до 15 раз) скоростью ползучести по сравнению со стандартным сплавом ВК6-В.

Завершают диссертационную работу общие выводы, позволяющие объективно оценить значимость проведенных исследований.

Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Установлено, что положительное влияние легирующей добавки карбида тантала на свойства твердых сплавов системы WC-Co обусловлено не только ингибирующим эффектом роста карбидного зерна, но и дисперсионным упрочнением кобальтовой связки в результате выделения из твердого раствора высокомолекулярных наночастиц избыточной фазы $W_xTa_yCo_zC_i$ размером 1-4 нм;
2. Использование узкофракционного крупнозернистого порошка карбида вольфрама зернистостью 5-15 мкм в сплавах с пониженным содержанием углерода позволяет получить крупнозернистый твердый сплав с округлыми зернами с фактором формы карбидного зерна $F = 0,77 \pm 0,07$, что достигается за счет подавления процесса перекристаллизации при жидкофазном спекании, обусловленного отсутствием высокоактивных частиц WC размером менее 2 мкм;
3. Установлено, что при достижении однородной структуры и дисперсионного упрочнения связки высокомолекулярными наночастицами $W_xTa_yCo_zC_i$ крупнозернистый твердый сплав обладает одновременно повышенной до 11,7 ГПа твердостью (HV) и до $18,6 \text{ мПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ трещиностойкостью (K_{1C}) по сравнению со стандартным крупнозернистым твердым сплавом ($HV = 10,6 \text{ ГПа}$ и $K_{1C} = 15,4 \text{ мПа} \cdot \text{м}^{1/2}$).

Практическая значимость работы заключается в оптимальных установленных режимах получения узкофракционного порошка карбида вольфрама, разработана «Методика изготовления лабораторной партии особо однородного крупнозернистого порошка WC с заданным гранулометрическим составом». В депозитарии НИТУ «МИСиС» зарегистрировано ноу-хау № 10-164-2018 ОИС от 10 октября 2018 г «Способ получения узкофракционного монокристаллического порошка карбида вольфрама для производства инструмента из крупнозернистых твердых сплавов, работающего в условиях Арктики». Практическая ценность работы также подтверждена разработкой способа получения твердых сплавов с округлыми зернами карбида вольфрама для породоразрушающего инструмента, получен патент РФ № 2687355 от 10.10.2018, Бюллетень изобретений, № 14 от 13.05.2019. Разработаны новые составы твердых сплавов с узкофракционным карбидом вольфрама, в депозитарии НИТУ «МИСиС»

зарегистрировано ноу-хау № 03-340-2019 ОИС от 30 мая 2019 г «Составы и способы получения однородных смесей узкофракционного монокристаллического порошка карбида вольфрама с кобальтом и легирующими функциональными добавками». Найдены оптимальные технологические режимы получения с наномодифицированной связкой и разработана «Методика изготовления лабораторных образцов крупнозернистых твердых сплавов с различной концентрацией легирующих функциональных добавок при варьировании режимов термообработки, обеспечивающих формирование твердого сплава с иерархической наномодифицированной связкой». В депозитарии НИТУ «МИСиС» зарегистрировано ноу-хау № 05-340-2019 ОИС от 30 мая 2019 г «Способ получения иерархических крупнозернистых твердых сплавов с особо однородной структурой и наномодифицированной связкой». В компании ООО «БИНУР» проведены стендовые испытания инструмента (горных резцов), оснащенного вставками из разработанного твердого сплава. Установлено, что горные резцы из нового твердого сплава с особо однородной структурой в сравнении со стандартным крупнозернистым твердым сплавом обладают повышенной на 100% износостойкостью при обработке бетона и на 80% при обработке гранита.

Степень обоснованности и достоверности каждого научного положения

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, достаточно обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждаются большим объемом экспериментальных данных, их корректной статистической обработкой, применением широкого спектра современного экспериментального и исследовательского оборудования и глубоким многоуровневым анализом полученных результатов в полном соответствии с современными концепциями материаловедения порошковых и композиционных материалов.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям

Выполнены все требования, предъявляемые к диссертациям. Проведен подробный анализ литературных данных, относящихся к теме диссертации, правильно установлены цели и задачи исследования, выбраны новые составы сплавов и предложена оригинальная методика их получения. Экспериментальные результаты представлены четко, как в виде графиков и фотографий структур, так и текста, их описывающего. Работа написана ясным языком, хорошо иллюстрирована. Диссертация и автореферат содержат необходимые разделы и соответствуют друг другу.

Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации

Диссертационная работа Авдеенко Е. Н. выполнена на высоком профессиональном уровне. Полученные результаты обладают научной новизной и имеют высокое фундаментальное и практическое значение.

К недостаткам по содержанию диссертации и автореферата следует отнести следующие:

1. Из описания раздела методики непонятно, производился ли контроль химического состава порошка карбида вольфрама после размол в ШВМ и воздушно-центробежной классификации?
2. В главе 5 на рисунках 44-45 (стр. 85-86) показано наличие фаз M_6C и $(Ta,W)C$. Был ли проведен рентгенофазовый анализ образцов?
3. В главе 5 на рисунке 48 (стр. 88) не приведены результаты коэрцитивной силы для ряда образцов при температуре спекания 1420 °С.
4. В главе 6 на рисунке 53и (стр. 96) приведен график зависимости твердости и трещиностойкости от длительности термической обработки, но на графиках не приведены пределы погрешности измерения.
5. В списке использованных источников не завершена ссылка 17:

«17. Zhao JF, Holland T, Unuvar C, Munir ZA. Sparking plasma sintering of nanometric.»

В ней представлена только часть названия статьи, отсутствует название журнала, год и номер издания, страницы.

Однако отмеченные недостатки не снижают теоретической и практической значимости выполненных исследований, а полученные в диссертации результаты соответствуют поставленным целям.

Заключение

В целом диссертационная работа Авдеенко Е. Н. представляет собой законченное исследование, содержащее решение важной практической задачи в области порошковой металлургии по получению твердых сплавов.

Автореферат соответствует содержанию диссертации. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 5 научно-технических конференциях международного уровня и отражены в 2-х статьях, опубликованных в рецензируемых журналах из перечня ВАК.

Диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям, в том числе п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013, к кандидатским диссертациям. Она является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение задачи разработки нового поколения иерархических крупнозернистых твердых сплавов с особо однородной структурой, имеющей важное значение для развития порошковой металлургии. Автор диссертации, Авдеенко Евгений Николаевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Отзыв составлен и принят на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций Авдеенко Е.Н., обсуждения презентации доклада Авдеенко Е.Н. на заседании

05.09.19