

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Института структурной макрокинетики
и проблем материаловедения им. А. Г. Мерджанова
Российской академии наук (ИСМАН)
Профессор, чл.-корр. РАН



М.И. Алымов

2022 г

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

о научно-практической ценности диссертации

Мохаммада Абеди

на тему: «Высокоскоростное искровое плазменное спекание порошков на основе систем Cu-Cr, Ni-Al и Al₂O₃-SiC», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность темы

Диссертационная работа Мохаммада Абеди посвящена изучению влияния экстремальной скорости нагрева и импульсного постоянного тока при искровом плазменном спекании (ИПС) на явления массопереноса, реакционную способность и кинетику спекания металлических (Cu-Cr), интерметаллических (Ni-Al) и керамических композитов (Al₂O₃/SiC), а также изучение зависимости структуры и механических свойств полученных материалов.

Полученные результаты представляются крайне важными и актуальными, они позволяют получить научно-обоснованные представления о механизме спекания в условиях высокоскоростного ИПС (ВИПС), объяснить высокую эффективность такого подхода. Для наглядности и подтверждения эффектов ВИПС выбраны различные материалы, например, псевдосплав Cu-Cr, который, благодаря нерастворимости металлических компонентов демонстрирует особенности процессов массопереноса при ВИПС. Другой тип материала, это реакционные частицы Ni-Al, которые позволяют продемонстрировать влияние различных параметров процесса ВИПС на реакционную способность системы. И последний тип материала — это керамика Al₂O₃/SiC, для спекания которой необходимы высокие температуры и большая продолжительность процесса.

Структура и основное содержание работы

Диссертационная работа Абеди М. состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка литературы и приложения. Диссертация представлена на 191 странице, содержит 14 таблиц, 61 рисунок. Список использованной литературы содержит 334 источника.

Во **введении** показана актуальность проблемы, сформулированы цель и задачи работы, представлены научная новизна и практическая значимость работы, положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** представлен аналитический обзор литературы, в котором описаны способы спекания, как ИПС и его модификации высокоскоростное и реакционные ИПС. Проведен обзор методов моделирования таких процессов. Описан опыт спекания, изучаемых в данном исследовании материалов, а именно: псевдосплавах Cu-Cr, алюминиде никеля (NiAl_3 , Ni_2Al_3 и NiAl) и керамическом композите $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$. Сформулирована актуальность, цель и задачи представленной работы.

Во **второй главе** описаны исходные материалы, экспериментальные установки для приготовления и спекания порошковых смесей, исследовательские методики. Детально продемонстрированы схемы спекания: ИПС, РИПС, ВИПС и конфигурации с присутствием электрического тока и с его изоляцией.

В **третьей главе** представлены методы и геометрия графитовых изделий, которые использовали для моделирования электрического и теплового распределения в процессе ИПС и ВИПС. Моделирование проводили с помощью программного пакета COMSOL Multiphysics. Задавались условия, что электрический ток протекал в каждой точке материала, и что тепло генерировалось за счет межатомного трения и вибраций, когда электроны проходили через вещество (джоулев нагрев). Для определения температуры в каждой точке необходимо решить два основных уравнения: уравнение электрического заряда и уравнение сохранения энергии

Для проверки теоретической модели рассчитывали температурно-временные профили в точках вблизи образца и на боковой поверхности графитовой прессформы, затем сравнивали с экспериментально измеренными профилями. Стоит отметить, что рассчитанные данные достаточно хорошо согласуются с экспериментальными значениями. Полученная модель была применена для прогнозирования в системе Cu/Cr

В **четвертой главе** исследованы температурные градиенты и тепловые потоки, плотность, механические, электрические и термические свойства Cu/Cr. Показано, что существует неоднородность в распределении плотности тока в образце из-за наличия скин-эффекта: самая высокая плотность тока наблюдается по краям образца, а самая низкая - в центре. Это явление, наряду со значительными потерями тепла через стенки матрицы,

создают температурный градиент внутри образца, влияющий на микроструктуру материала. Оптимизированный режим ВИПС позволил получить наноструктурированный композиционный материал Cu/Cr с относительной плотностью 98%, твердостью 5,0 ГПа, модулем упругости 238 ГПа и электросопротивлением 7,5 мкОм·см, что позволило рекомендовать его к использованию в качестве износостойкого электроконтактного материала.

В **пятой главе** показано исследование металлических диффузионных пар никеля – алюминия и реакционные ИПС, и ВИПС интерметаллида на основе NiAl полученного из реакционных порошков Ni+Al. Для диффузионных пар измерены толщины интерметаллидных соединений, полученных при ИПС как при воздействии электрического поля, так и для изолированной сборки. Эти данные позволили рассчитать коэффициенты диффузии, полученные значения для обеих фаз оказались значительно более высокими для образцов, подвергнутых термообработке при воздействии электрического тока, чем для изолированных образцов. Кроме того, увеличение коэффициента диффузии отличается для разных фаз и температур. Для реакционных порошков Ni+Al установлены стадии спекания, представлены микроструктура и механические свойства в зависимости от метода спекания (ИПС, РИПС, РВИПС).

В **шестой главе** показаны исследования керамического композита Al₂O₃/SiC, в которой изучается влияние методов спекания (ИПС, РИПС и ВИПС) на физикохимические свойства SiC. Методом ВИПС за время 40 с получены керамические композиты Al₂O₃/SiC с различным содержанием SiC. Установлено, что основная усадка происходит после достижения температуры 1300 °С, при которой непроводящая матрица из Al₂O₃ становится электропроводящей, что приводит к быстрому уплотнению за короткий промежуток времени. Наилучшее сочетание механических свойств были достигнуты для композита с содержанием 20 вес. % SiC: относительная плотность 99 %, твердость 20,3 ГПа и трещиностойкость 7,5 МПа/м^{1/2}

Завершают работу общие выводы, отражающие основные результаты и позволяющие объективно оценить значимость проведенных исследований.

Научная новизна диссертационной работы

В диссертационной работе впервые получены следующие наиболее важные научные результаты:

1. Установлены закономерности влияния плотности тока, градиента температур и тепловых потоков в процессе ВИПС на микроструктуру псевдосплавов Cu/Cr. Установлено наличие пороговых значений плотности электрического тока, при превышении которых

происходит существенное изменение размера структурных составляющих по объему образца.

2. Определены значения энергии активации процесса образования фаз NiAl_3 и Ni_2Al_3 ($Q_{\text{NiAl}_3} = 76 \text{ kJ/mol}$ и $Q_{\text{Ni}_2\text{Al}_3} = 84 \text{ kJ/mol}$) и температурные зависимости коэффициента диффузии в условиях ИПС. Показано, что вследствие электромиграции пропускание импульсного электрического тока через образец приводит к двукратному снижению эффективной энергии активации диффузии в системе Ni-Al.

3. Установлены основные этапы реакционного искрового плазменного спекания эквиатомной смеси Ni:Al. Основной вклад в уплотнение материала вносит химическая реакция, инициирование которой при 530 К приводит к чрезвычайно быстрому увеличению скорости консолидации, превышающей в 4 раза максимальную скорость усадки в случае нереакционного спекания. Применение метода реакционного ВИПС позволяет значительно сократить длительность этапов спекания и менее чем за 1 минуту получить материал с плотностью до 98%.

4. Установлен эффект повышения электропроводности оксида алюминия при температуре выше 1300 °С, что значительно увеличивает скорость консолидации керамического материала $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$. Предложена схема ВИПС, которая позволила консолидировать керамику в течение 40 секунд до относительной плотности 99 %.

Практическая значимость выполненных исследований подтверждена актом испытаний режущего керамического инструмента $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ при чистовой обработке поверхности изношенных валцов из сверхпрочной стали, применяемых в технологическом процессе подготовки глины-сырца для кирпичного производства. Также на основе полученных результатов разработан регламент на процесс изготовления износостойкого электроконтактного материала Cu/Cr с повышенными механическими свойствами.

Степень обоснованности и достоверности научных положений

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждаются большим объемом экспериментальных данных, их корректной статистической обработкой. Полученные автором выводы подтверждаются согласованностью результатов экспериментальных исследований и теоретических представлений, использованием стандартных методик испытаний, сходимостью результатов численного компьютерного моделирования и экспериментального исследования.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям, публикации и апробации

Выполнены все требования, предъявляемые к диссертациям. Проведен подробный анализ литературных данных, относящихся к тематике диссертации, логично определены цели и задачи исследования. Экспериментальные результаты представлены четко, как в виде графиков и фотографий, так и текста, их описывающего. Диссертация и автореферат содержат необходимые разделы и соответствуют друг другу.

Результаты диссертационной работы опубликованы в 4 статьях в реферируемых научных журналах, входящих в Перечень журналов рекомендованных ВАК и входящих в базы данных Scopus, Web of Science. Результаты диссертационной работы Абеди М. обсуждались на международных научно-технических конференциях.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Полученные результаты работы в части композиционных материалов и режущего инструмента из них могут быть использованы при чистовой обработке поверхности изношенных валцов из сверхпрочной стали на ООО «Керамобрикет М». Объемные наноструктурированные композиты Cu/Cr могут быть использованы как электроконтактные материалы и рекомендованы для практического использования на предприятиях, занимающийся выпуском высоковольтных коммутирующих контактов: ОАО «НПП «Контакт»», ОАО «Полема».

Диссертация Абеди М. будет полезна для ознакомления специалистам, работающим в области получения новых материалов с применением электромагнитных полей. Результаты работы могут быть использованы при обучении магистров и аспирантов по направлению «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

При общей положительной оценке диссертационной работы Абеди М. имеются следующие вопросы и **замечания**:

1. Полученные результаты показали преимущество метода ВИПС с точки зрения длительности процесса, а также количества потребляемой энергии. Однако, как было продемонстрировано, метод ВИПС требует больше подготовительных мероприятий, чем традиционное ИПС. Насколько подготовительная стадия влияет на общее время получения изделий?

2. В тексте автореферата и диссертационной работы нет информации о высоте получаемых образцов методом ВИПС, известно, что классическое ИПС имеет ограничения по размерам спекаемых материалов. Ощущение, что ВИПС применим только для образцов толщиной менее 3 мм. Какой прогноз на спекание относительно больших изделий, например дисков диаметром 50-100 мм и высотой 10-20 мм?

3. В литературном обзоре отсутствует часть по теоретическим расчетам и моделям ВИПС, которые демонстрируют распределения плотности тока и температуры, хотя такие данные в литературе есть. Их было бы полезно сравнить с результатами, полученными в данной работе.

4. Можно ли ожидать такой же неоднородности распределения температуры и тока, которые наблюдались при ВИПС, в обычных экспериментах по ИПС?

5. Какие факторы увеличивают или снижают температурный градиент внутри образцов?

6. При изучении кинетики спекания реакционноспособного порошка Ni-Al были выделены 3 различных этапа. Объясните, пожалуйста, почему скорость изменения плотности достигает нуля на втором этапе?

7. Как высокоскоростной нагрев (ВИПС) влияет на безопасность спекания и долговечность работы оборудования, оснастки?

Заключение

Сделанные замечания не влияют на положительную в целом оценку диссертационной работы Абеди М. Работа выполнена на высоком научном уровне. Цели и задачи диссертационной работы достигнуты, работа имеет научную и практическую значимость, а положения, выносимые на защиту, экспериментально доказаны.

Диссертационная работа «Высокоскоростное искровое плазменное спекание порошков на основе систем Cu-Cr, Ni-Al и Al₂O₃-SiC» по актуальности, научной новизне, объему, уровню опубликованных работ, практической значимости, достоверности и степени обоснованности выводов соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», а ее автор, Абеди Мохаммад, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Отзыв составлен и принят на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций соискателя, обсуждения доклада Мохаммада Абеди на заседании секции Ученого совета ИСМАН «Материалообразующие процессы горения и взрыва» «27»
июль 2022 г., протокол № 6

Данные ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А. Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН).

Россия, 142432, Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 8
Тел.: +7(496)5246376, e-mail: isman@ism.ac.ru

Председатель секции Ученого совета
ИСМАН, главный научный сотрудник
Лаборатории жидкофазных СВС-
процессов и литых материалов ИСМАН,
доктор технических наук, профессор



Юхвид
Владимир Исаакович

Рецензент
Зам. директора ИСМАН по научной работе,
доктор технических наук по специальности
01.04.17 химическая физика, горение и
взрыв, физика экстремальных состояний
вещества



Санин
Владимир
Николаевич

Ученый секретарь ИСМАН
кандидат технических наук



Петров
Евгений
Владимирович