

О Т З Ы В

официального оппонента **Ковтунова Александра Ивановича**, доктора технических наук, доцента, профессора кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы» ФГБОУ ВО «Тольяттинского государственного университета» на диссертационную работу **Кузиной Антонины Александровны** «Применение керамических нанопорошков азидной технологии СВС для армирования алюмоматричных композиционных материалов», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. – Материаловедение

1. Актуальность темы диссертационной работы.

На современном этапе развития техники повышения механических свойств алюмоматричных композиционных материалов является, как отмечено в диссертационной работе Кузиной А.А., актуальной научной проблемой. Наиболее перспективны алюмоматричные композиционные материалы, армированные керамическими наночастицами с размером 1-100 нм. Применение керамических нанопорошков позволяет при меньшем содержании армирующей фазы достигнуть значительного увеличения прочности и твердости алюминиевой матрицы при сохранении заметного запаса пластичности.

Применяемые керамические нанопорошки отличаются высокой стоимостью, а технологии ввода нанопорошков сложны, малопроизводительны и не обеспечивают равномерного распределения армирующих наночастиц в объеме алюминиевой матрицы.

Альтернативой к этому автором предложено использовать значительно более дешевые нанопорошки нитридов и карбидов, получаемые по азидной технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС-Аз) при горении смесей порошков с азидом натрия NaN_3 . Указанный способ получения армирующих наночастиц отличается простотой, дешевизной и доступностью исходных порошковых компонентов.

Исходя из этого, исследование и разработка методов изготовления алюмоматричных композиционных материалов, армированных наночастицами керамических порошков нитридов и карбидов Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN , полученных по азидной технологии СВС с целью снижения трудоемкости и стоимости их изготовления, является актуальной задачей, решаемой Кузиной А.А. в диссертационной работе.

2. Структура, объем, форма изложения диссертации

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева».

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы из 178 наименований. Диссертация изложена на 218 страницах машинописного текста и содержит 93 рисунка, 25 таблиц и 3 приложения.

Диссертация написана четким грамотным языком, иллюстрации хорошо дополняют и поясняют текст. Замечаний по оформлению нет.

По материалам диссертации опубликовано 30 печатных работ, из них 3 в изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России, 5 в изданиях, индексируемых базами данных Scopus, и получены 2 свидетельства о регистрации базы данных. В публикациях освещены основные результаты теоретических и экспериментальных исследований автора.

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на 8 международных и всероссийских научных конференциях в Самаре, Казане и Черноголовке.

3. Краткое содержание работы

Во введении приведена общая характеристика работы, обоснована актуальность выбранной темы диссертации, сформулированы объекты, методы, цель и задачи исследования, определены научная новизна и практическая значимость результатов, изложены основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации содержит аналитический обзор литературы, показывающий востребованность алюмоматричных композиционных материалов в различных отраслях промышленности.

Подробно проанализированы методы изготовления дисперсно-упрочненных КМ на алюминиевой основе, рассмотрены особенности, преимущества и недостатки этих методов. Приведен анализ нанопорошков, применяемых для получения алюмоматричных композиционных материалов и указано, что керамические нанопорошки, получаемые известными методами, отличаются высокой стоимостью. Это в большей степени связано со значительной энергоемкостью процессов получения и сложностью управления ими, дороговизной используемого оборудования и исходных реагентов.

Автор указывает, что особый интерес представляют нанопорошки, получаемые методом СВС-Аз, который отличается энергосбережением, простотой и малогабаритностью применяемого оборудования, возможностью получения нанопорошков нитридов, карбидов, карбонитридов, которые могут быть дешевле аналогичных нанопорошков, представленных на рынке России и за рубежом. Проведен анализ и обоснован выбор методов ввода нанопорошков, полученных по азидной технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, в матричный сплав.

Во второй главе дано описание исходных материалов, применяемых для получения алюмоматричных композиционных материалов жидкофазными и твердофазными методами. Представлены экспериментальные технологии получения алюмоматричных композиционных материалов. Подробно описаны методики проведения исследований структуры, фазового состава и свойств изготовленных образцов композиционных материалов.

В третьей главе приведены результаты исследований процессов получения пресованных брикетов псевдолигатур из смесей металлических порошков-носителей с нанопорошками марки СВС-Аз.

Представлены результаты исследования процессов смешивания металлических и керамических порошков в шаровой и планетарной мельнице. Показано, что длительное по времени и относительно медленное по скорости смешивание металлических и керамических нанопорошков в шаровой мельнице приводит к насыщению кислородом, загрязнению порошковых смесей и не позволяет достичь равномерного распределения компонентов в смесях, в то время как применение планетарной мельницы с более интенсивным смешиванием и механоактивацией порошков позволяет сократить время смешивания, уменьшить окисление, загрязнение композиций и улучшить однородность их смеси. Представлены оптимальные режимы изготовления смесей порошков марки СВС-Аз ($\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$), Si_3N_4 и AlN с различными металлическими порошками-носителями (Cu , Ni , Al) в планетарной мельнице.

На основе проведенных исследований автором в диссертационной работе установлены оптимальные режимы прессования брикетов нанопорошковых псевдолигатур с различной пористостью и массой.

В четвертой главе представлены результаты исследований процессов легирования алюминиевых расплавов псевдолигатурами с нанопорошками марки СВС-Аз и влияния электромагнитных акустических полей на усвоение их расплавом.

Показаны результаты исследования процессов растворения псевдолигатур в алюминиевых сплавах А7 и АК12 при температурах 850°-1000°С с временем выдержки 30-45 минут. Установлено оптимальное содержание 2,5% и 5% армирующих наночастиц марки СВС-Аз: Si_3N_4 , $(\text{SiC}+32,8\%\text{Si}_3\text{N}_4+18,6\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ и $(\text{AlN}+35\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ в брикетах псевдолигатур на металлических порошках-носителях медь, никель или алюминий для их полного растворения в алюминиевом расплаве и оптимальные режимы легирования.

Представлены результаты исследования влияния обработки алюминиевых расплавов электромагнитным акустическим полем на растворимость псевдолигатур, содержащих нанопорошки марки СВС-Аз. При этом установлено, что обработка расплава алюминия электромагнитным акустическим полем с частотой 500 кГц или 1000 кГц длительностью от 2 до 45 минут практически не влияет на растворимость псевдолигатур, но при большей длительности 30-45 минут приводит к повышенной пористости и насыщению кислородом воздуха.

На основании этого автор делает вывод о нецелесообразности обработки алюминиевых расплавов электромагнитным акустическим полем при вводе нанопорошковых псевдолигатур.

В пятой главе изложены результаты исследований пористости и механических свойств полученных литых алюмоматричных композиционных материалов, армированных наночастицами.

Показаны результаты исследования пористости образцов на основе сплавов А7 и АК12 в зависимости от концентрации и типа армирующих добавок, а также от природы порошка носителя. Установлено, что минимальная пористость наблюдалась при применении порошка-носителя меди.

Автором приведены результаты исследования влияния применяемых псевдолигатур, концентрации и типа армирующих добавок на твердость, предел прочности и предел текучести при растяжении, относительное удлинение и ударную вязкость сплавов А7 и АК12.

В шестой главе приведены результаты экспериментальных исследований процессов формирования алюмоматричных композиционных материалов с большим содержанием (5-75)% армирующей фазы нанопорошка $(\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ марки СВС-Аз твердофазным методом порошковой металлургии с прессованием и спеканием смесей порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка армирующей фазы.

Автором показаны механические и технологические свойства порошковой композиции после смешивания и влияние концентрации фазы $(\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ на эти свойства. Установлено влияние режимов прессования, концентрации армирующей фазы на пористость и микротвердость композиционных материалов.

4 Оценка степени научной новизны результатов диссертации

В диссертационной работе автором получены следующие новые научные результаты:

1. Впервые предложено и опробировано применение для армирования алюминия керамических нанопорошков нитридов и карбидов Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз.

2. Установлены закономерности процессов смешивания и прессования порошков при получении нанопорошковых псевдолигатур на основе различных металлических порошков-носителей: меди, никеля или алюминия, содержащих армирующие наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, для применения при жидкофазном изготовлении композиционных материалов.

3. Исследован процесс ввода псевдолигатур с нанопорошками марки СВС-Аз в расплав алюминия А7 и алюминиевого сплава АК12. Установлено, что эти псевдолигатуры растворяются в расплаве при содержании в составе псевдолигатуры не более 5% нанопорошков марки СВС-Аз, что позволяет усвоить расплавом и ввести в конечный состав АМКМ не более 0,1% армирующих частиц нанопорошков марки СВС-Аз.

4. Впервые установлено влияние наночастиц керамических порошков марки СВС-Аз на механические свойства алюмоматричных композиционных материалов, полученных жидкофазным методом. Определено, что лучшие результаты в повышении прочностных характеристик отмечаются при армировании алюминиевой матрицы наночастицами порошка Si_3N_4 , который не содержит побочной соли криолита

5. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов, рекомендаций, заключений и выводов

Обоснованность и достоверность научных положений и выводов, сформулированных в диссертационной работе, обеспечены корректной постановкой цели и задач исследований, применением аттестованных методик исследований и проведением экспериментов на современном оборудовании. В ходе выполнения диссертационной работы был выполнен достаточный объем экспериментальных исследований, обеспечивающий достоверность результатов. Экспериментальные результаты имеют удовлетворительную схожесть с теоретическими данными, не противоречат исследованиям других авторов.

6. Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям и паспорту специальности

Полученные результаты в работе Кузиной А.А. соответствуют научным положениям диссертации. Положения и результаты диссертации обладают научной новизной и практической значимостью. Все результаты, полученные в диссертации, относятся к области получения алюмоматричных композиционных материалов с впервые предложенными армирующими керамическими нанопорошками нитридов и карбидов Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз.

Публикации имеют высокий уровень и полностью отражают основное содержание диссертации.

Тема и содержание диссертационной работы соответствуют паспорту специальности 2.6.17. Материаловедение (05.16.09 Материаловедение (машиностроение)) по пунктам 1 и 4.

7. Практическая значимость и использование результатов

В результате выполнения диссертационных исследований определены технологические режимы получения псевдолигатур и технологические режимы легирования ими алюминиевых сплавов, содержащих наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$

Si_3N_4 и AlN марки СВС-Аз, на различных металлических порошках – носителях: меди, никеля или алюминия.

Результаты исследования внедрены в учебный процесс федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» и используются для подготовки бакалавров по направлениям 28.03.02 «Наноинженерия», 22.03.02 «Металлургия», 15.03.01 «Машиностроение» и магистров направления 22.04.02 «Металлургия».

8. Замечания по диссертационной работе

1. В автореферате диссертации указано, что в первой главе сформулирована цель и задачи работы, но в тексте диссертации в содержании первой главы эти формулировки отсутствуют, хотя задачи диссертационной работы формулируются на основе аналитического обзора состояния вопроса.
2. В работе имеются не применяемые термины и неточности:
 - «крепкого адгезионного контакта» (стр.24);
 - «при более высоких температурах формируются краевые углы смачивания» (стр.25);
 - «значения углов смачивания.....зависят от условий и методик его определения» (стр.25);
 - стр.43 в уравнении реакции не расставлены коэффициенты.
3. Во второй главе излишне подробно описана технология приготовления шлифов, порядок плавки с указанием технических характеристик обычной печи и общепринятые формулы для расчета относительного удлинения, условного предела, текучести, предела прочности.
4. Автор в качестве матричных алюминиевых сплавов выбирает АК12 и А7, не обосновывая выбора.
5. В работе указано, что лучше «вводить псевдолигатуры в расплав АК12» (стр.138), но не обосновано почему и на основании каких данных.
6. Автор указывает, что в образцах, полученных введением псевдолигатур в алюминиевый расплав, не обнаружено следов Na и F и связывает это с удалением криолита в шлак, однако не учитывается, что криолита содержится всего лишь 5 и 35 % в порошке, а содержание порошка в образцах не более 0,125%.
7. Вызывает сомнение достоверность данных химического состава литых образцов (табл.4.1), так как образцы не содержат железа, а в сплаве А7 содержание железа до 0,16% и в сплаве АК12 содержание железа до 0,7%. Кроме того, плавка проводилась при высоком перегреве в стальном тигле и перемешивание осуществляли стальным прутком, что должно было привести к повышению концентрации железа в расплаве.
8. В 5 главе не представлены результаты исследования механических свойств образцов композиционных материалов, легированных псевдолигатурами на алюминиевом порошке-носителе. В предыдущих главах исследования проводились и с этими псевдолигатурами.

Заключение

Отмеченные отдельные замечания существенно не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы, не снижают ее научной и практической ценности.

Диссертационная работа А.А. Кузиной является законченной научно-квалификационной работой, содержащей решение важной научной задачи- *повышение механических свойств алюмоматричных композиционных материалов.*

Автореферат соответствует содержанию диссертационной работы и достаточно полно отражает его.

Диссертационная работа А.А.Кузиной, полностью соответствует требованиям в том числе п. 9, предъявляемых к кандидатским диссертациям, изложенным в «Положении о присуждении ученых степеней», утвержденном постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г., а ее автор – Кузина Антонина Александровна - заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Даю согласие на обработку моих персональных данных.

Официальный оппонент,
доктор технических наук, доцент,
профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы»
ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет»



Ковтунов
Александр Иванович

06.09.2021г.

Специальность, по которой защищена диссертация: 05.02.10 – Сварка, родственные процессы и технологии.

Адрес почтовый и электронный: 445020, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
akovtunov@rambler.ru. Телефон: (+79277752561)



Согласие А.И. Ковтунова заверено.
Александр Иванович
управление персоналом