

Відгук

офіційного опонента д.т.н., проф. Студента М.М.
на дисертаційну роботу **Бурлаченка Олексія Миколайовича**
«Структурно-фазові перетворення в металокерамічних та
інтерметалідних порошках і металопорошкових дротах в процесі
плазмово-дугового розпилення та формування покриттів»,
представлену на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук зі
спеціальності 05.02.01 – Матеріалознавство

1. Актуальність теми дисертації.

Для підвищення ресурсу ключових для України галузей промисловості (енергетична, аерокосмічна, нафто- та газовидобувна) використовують плазмово-дугові та адитивні технології з нанесенням на їх поверхню багатофункціональних покриттів з підвищеними експлуатаційними властивостями. Ефективність плазмово-дугової технології для отримання таких покриттів значною мірою визначається структурою, фазовим та хімічним складом вихідних матеріалів. Прогнозування процесів сфероїдизації часточок порошків та формування з них покриттів передбачає глибоке розуміння фізико-хімічних процесів у високотемпературному газовому струмені та зоні контакту з підкладкою, роль газодинамічних і теплових впливів на адгезійно-когезійні зв'язки під час їх затвердіння.

На основі глибокого аналізу процесів, що супроводжують плазмово-дугове розпилювання порошкових матеріалів та металопорошкових дрітків під час формування інтерметалідних та металокерамічних покриттів з гранульованих матеріалів з високим ступенем сферичності, сформульовано актуальну в науковому і практичному сенсі проблему, на вирішення якої спрямована дисертаційна робота, а саме - розроблення обладнання, розхідних матеріалів та технологічних підходів для отримання покриттів, які б відповідали високим вимогам до їх функціональності.

2. Загальні характеристики дисертаційної роботи

Дисертаційна робота Бурлаченка О.М. складається зі вступу, 7 розділів, висновків, списку літератури з 371 найменувань. Загальний обсяг роботи становить 484 сторінок, її викладено на 338 сторінках, включно з 189 рисунками, 70 таблицями та 13 додатками.

Метою роботи є встановлення закономірностей протікання структурно-фазових перетворень в складових композиційних порошків та металопорошкових дрітків систем «метал-метал» та «метал-безкиснева тугоплавка сполука» в процесі їх отримання або обробки в плазмових струменях і на їх основі створення наукових і технологічних засад отримання функціональних інтерметалідних та металокерамічних гранульованих матеріалів і захисних покриттів з заданими характеристиками твердості, жаро-, зносо- та корозійної стійкості.

У вступі обґрунтована актуальність теми дисертації, показано її зв'язок з науковими програмами, сформульовані мета й основні завдання роботи, визначені об'єкт та предмет дослідження, сформульовані наукова новизна й практичне значення отриманих результатів, вказано на їх апробації та наведено перелік праць за темою роботи із зазначенням внеску автора.

У першому розділі проаналізовано відомі методи отримання композиційних металокерамічних та інтерметалідних порошків для газотермічного напилювання, вказано на їх недоліки і відмічено переваги використання механохімічного синтезу для отримання наноструктурованих композиційних порошків для газотермічного напилювання наноструктурних покриттів, показано їх переваги за механічними властивостями та стійкістю до зносу відносно покриттів, напилених порошками мікронних розмірів. Встановлено, що плазово-дугова технологія придатна для нанесення покриттів та отримання сферичних гранул з витратних матеріалів у вигляді порошків і металопорошкових дротів різного складу, не має обмежень за температурою їх плавлення, а використання інертних плазмотвірних газів дасть змогу формувати покриття та гранули в захисних середовищах. За результатами проведеного аналізу сформульовані мета та задачі досліджень.

У другому розділі наведені характеристики вихідних порошків і металопорошкових дротів. Розглянуто умови механохімічного синтезу, які визначають однорідність порошків заданого хімічного складу. Описано устаткування для плазово-дугового напилювання покриттів за дозвукового і надзвукового плазового струменя. Наведено методику оптимізації режимів плазово-дугового розпилення металокерамічних і інтерметалідних порошків та металопорошкових дротів для отримання гранул з максимальним коефіцієнт сферичності та покриттів з щільним приляганням до основи і мінімальною пористістю.

У третьому розділі термодинамічними розрахунками обґрунтовано вибір складів вихідних порошкових сумішей для одержання композиційних порошків для плазово-дугового напилювання інтерметалідних і металокерамічних покриттів та визначено можливе підвищення температури внаслідок перебігу можливих реакцій. Термодинамічні параметри у твердих розчинах та аморфному стані оцінено на основі напівемпіричної моделі Мієдеми. Визначено області існування сплавів в аморфному стані. Вивчено вплив тривалості обробки порошкових сумішей на формування композиційних порошків систем Fe-Al та TiAl-NTC з однорідною структурою. Для забезпечення рівномірності подачі порошків під час формування покриттів застосовано також їх конгломерування. На основі комплексу мікроструктурних, рентгенофазових та мікроспектральних досліджень встановлено механізм та кінетику утворення інтерметалідних і металокерамічних наноструктурованих порошків.

Четвертий розділ присвячений вивченню процесів, що супроводжують плазово-дугове розпилювання металокерамічних порошків системи TiAl-NTC та інтерметалідних порошків системи Fe-Al. З використанням програмного забезпечення CASPSP оптимізовано режими розпилювання

порошків. Встановлено, що під час розпилювання інтерметалідних порошків системи Fe–Al близько 95 % гранул набувають сферичної форми. Зі збільшенням сили струму від 400 до 500 А середній розмір отриманих гранул зростає на 14–47 %. За розпилювання металокерамічних порошків системи TiAl–HTC сферичними ставали 60–70 % гранул.

У п'ятому розділі методом математичного моделювання процесу нагрівання струмопровідного дроту визначено діаметр та швидкість руху часточок диспергованого металопорошкового дроту. Методом диференціально-термічного аналізу (ДТА) досліджено структурно-фазові перетворення під час нагрівання металопорошкового дроту з алюмінієвими та карбідними наповнювачами. Показано, що на торці металопорошкового дроту системи Fe–Al формувалася крапля розплаву, яку за інтегральним складом віднесли до алюмінідів заліза, склад яких змінювався зі зміною струму під час напилювання від Fe_3Al до FeAl . За розпилювання у повітрі вміст оксидної складової у краплі на торці дроту зростає до 59–90%. Показано також, що додавання тугоплавких наномодифікаторів до складу керамічних наповнювачів металопорошкових дротів сприяло зменшенню середнього розміру гранул у 1,1–1,4 рази.

У шостому розділі описано закономірності формування структури металокерамічних та інтерметалідних покриттів, отриманих у дозвуковому та надзвуковому режимах плазово-дугового напилювання із використанням порошків і металопорошкових дротів як витратних матеріалів.

Показано, що в інтерметалідних покриттях, отриманих за дозвукового та надзвукового плазово-дугового напилювання, формувалась щільна ламелярна мікроструктура із повністю розплавлених і деформованих часточок. За розпилювання металокерамічних порошків дозвуковим плазово-дуговим методом покриття характеризувались високою пористістю (21–40 %) і невисокою когезійною міцністю, а за надзвукового режиму їх розпилювання формувались щільні покриття із пористістю меншою ніж 4 %.

У сьомому розділі визначені властивості отриманих покриттів, обґрунтовано вибір складів для серійного виробництва композиційних порошків та металопорошкових дротів. Подано технологічні схеми одержання інтерметалідних і металокерамічних порошків, а також описано розроблені плазмотрони та обладнання для отримання інтерметалідних і металокерамічних покриттів та сферичних гранул.

В аналізі змісту розділів дисертації виділено лише найвагоміші з результатів, які підсумовано у висновках до дисертаційної роботи.

У додатках наведено: математичні розрахунки процесу плазово-дугового розпилення порошків; відомості про властивості розроблених інтерметалідних та металокерамічних покриттів; технічні умови на інтерметалідні та металокерамічні порошки для газотермічного напилення, а також на металопорошкові дроти для одержання сферичних гранул методом плазового дугового розпилювання та нанесення покриттів; марки розроблених порошків та металопорошкових дротів; матеріали що

засвідчили практичне значення результатів роботи; перелік наукових праць, опублікованих за матеріалами дисертації.

3. Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації, їх достовірність.

Основні представлені в роботі результати достовірні та обґрунтовані, що підтверджується: узгодженістю отриманих в роботі результатів з загальновизнаними підходами сучасного матеріалознавства; застосуванням широкого комплексу методів і методик досліджень для атестації властивостей покриттів (оптична та електронна мікроскопія, рентгеноструктурний й мікрорентгеноспектральний аналізи, методи статистичної обробки й аналізу експериментальних результатів); значним обсягом експериментальних даних для підтвердження висунутих припущень чи постулатів; наявністю публікацій у фахових наукових виданнях і апробацією основних результатів роботи на всеукраїнських та міжнародних науково-практичних конференціях; відповідністю наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації, вимогам МОН України щодо дисертаційних робіт.

4. Наукова новизна одержаних результатів.

Запропоновано новий підхід термодинамічних розрахунків у поєднанні з напівемпіричною моделлю Мієдема, що включає одночасну оцінку хімічного, пружного та структурного внеску в ентальпію утворення безперервного ряду твердих розчинів та переходу до аморфного стану для бінарних систем. З використанням даного підходу вперше здійснено прогнозування фазового складу і умов міжфазної взаємодії компонентів в порошкових сумішах Fe-Al, Ti-Al та TiAl-B₄C, TiAl-BN, TiAl-SiC, TiAl-Si₃N₄, як в процесі механохімічного синтезу при отриманні інтерметалідних або композиційних порошків, так і при їх нагріванні в високотемпературному плазмовому струмені.

Вперше запропоновано критерій визначення критичного розміру кристалітів $K_{кр}$, що утворюються при обробці мікрометричних компонентів порошкових сумішей Fe+Ti+Al чи Fe+TiAl в процесі механохімічного синтезу. Досягнення певних значень даного критерію забезпечує формування заданого фазового складу синтезованих продуктів, а саме при: $K_{кр}=30\ldots70$ нм - твердих розчинів Fe(Al) та Fe(Ti); $K_{кр} < 30$ нм - інтерметалідної фази (Fe,Ti)₃Al.

Вперше показано можливість управління та підвищення параметра ступеню деформації розплавлених частинок інтерметалідних порошків системи Fe-Al при їх взаємодії з поверхнею основи в процесі плазмово-дугового напилення, шляхом легування порошків Mg і Ti при їх отриманні в процесі механохімічного синтезу.

Вперше встановлено факт утворення вторинної нанокристалічної структури в процесі надшвидкого охолодження наноструктурованих

металокерамічних ($\text{TiAl-B}_4\text{C}$, TiAl-BN , TiAl-SiC , $\text{TiAl-Si}_3\text{N}_4$) та інтерметалідних (Fe-Al) порошків, отриманих механохімічним синтезом, при їх сфероїдизації в плазмових струменях та при плазмово-дуговому напиленні покриттів.

Вперше встановлені технологічні фактори процесу плазмово-дугового напилення покриттів із металокерамічних порошків системи « TiAl - безкисневі тугоплавкі сполуки» (тепловміст, швидкість плазмового струменя, відносна тривалість процесу перебування в ньому частинок), які забезпечили формування покриттів з комплексом заданих характеристик (нанокристалічна структура, пористість $<1\ldots4\%$, мікротвердість $>5,5$ ГПа, підвищена зносостійкість).

Вперше встановлені закономірності металургійної взаємодії між сталевою оболонкою і порошковими керамічними наповнювачами із безкисневих тугоплавких сполук (WC , B_4C , Cr_3C_2) та протікання структурно-фазових перетворень в металопорошкових дротах систем Fe-WC , $\text{Fe-B}_4\text{C}$, $\text{Fe-Cr}_3\text{C}_2$ $\text{Fe-Al-Cr}_3\text{C}_2$ в процесі їх нагріву і розпилення плазмовими струменями по схемі «дріт-анод». Підтверджена можливість отримання сферичних гранул і функціональних покриттів із складнолегованих сплавів систем Fe-W-C , Fe-Cr-C , Fe-B-C , Fe-Cr-B-C , Fe-Al-B-C .

Вперше встановлено можливість формування необхідного фазового складу отриманих інтерметалідних сферичних гранул та напилених покриттів (від Fe_3Al до FeAl) зміною основних технологічних параметрів плазмово-дугового розпилення струмопровідного металопорошкового дроту системи Fe-Al .

Наукова новизна сформульована зрозуміло, з розкриттям суті.

5. Практичне значення роботи.

На основі встановлених автором закономірностей процесів структуроутворення розроблено нові марки композиційних порошків та металопорошкових дротів для отримання інтерметалідних та металокерамічних сферичних гранул і багатофункціональних покриттів методом плазмово-дугового розпилення.

Створено установки нового покоління для плазмово-дугового нанесення металокерамічних та інтерметалідних покриттів і сферичних гранул для адитивних технологій із композиційних порошків та металопорошкових дротів, які забезпечують продуктивність процесу розпилення до 18 кг/год та дозволяють отримувати високоякісні покриття з пористістю менше 1% та гранули з коефіцієнтом сферичності $>0,86$.

6. Впровадження результатів.

Результати роботи впроваджені на підприємстві ТОВ «НВЦ «ПЛАЗЕР» (Україна) при організації промислового виробництва плазмово-дугової установки «PLAZER 50-PL-W», яка використовується в технологічних

процесах отримання із дровових композиційних матеріалів (КМ) сферичних дрібнодисперсних гранул та нанесення захисних та спеціальних покриттів.

Отримані автором наукові результати та технологічні рекомендації були впроваджені під час виготовлення з металопорошкового дроту сферичних гранул з інтегральним хімічним складом, що відповідає інтерметаліду Fe_3Al . Зазначені гранули використано як матеріал для 3D-друку об'ємних зразків методами адитивного лазерного наплавлення (Direct Energy Deposition, DED) і селективного лазерного плавлення (Selective Laser Melting, SLM), а також для нанесення інтерметалідних покриттів з метою захисту труб пароперегрівачів сміттєспалювального обладнання від високотемпературної корозії та газоабразивного (зольного) зношування.

7. Повнота викладу основних результатів роботи в наукових фахових виданнях.

Основні результати досліджень дисертації опубліковані в 44 наукових працях, у тому числі 22 статті у наукових фахових виданнях (15 – у журналах, що входять до переліку наукових фахових видань МОН України; 5 статей у виданнях, включених до категорії “А” або у закордонних виданнях, проіндексованих у базах даних Web of Science Core Collection та/або Scopus; 2 – в іноземних наукових фахових виданнях); 2 патенти на винахід; 20 тез доповідей в збірниках матеріалів конференцій, які в достатній мірі висвітлюють результати роботи, що виносяться на захист.

Результати досліджень, що були одержані при виконанні кандидатської дисертації «Розробка технології одержання порошків з квазі- або нанокристалічними фазами методом механічного легування» (2015 р.) у представлений докторській дисертації не використовуються.

8. Зауваження та коментарі до дисертації:

1. Необхідно пояснити чому для випробувань на газоабразивне зношування за кімнатної температури використовували частинки електрокорунду розміром 800-1000 мкм, а за підвищеної температури 150...180 мкм (стор. 98-99).
2. У дисертації стверджується, що при розпиленні порошків FeAl , Fe_2Al_5 та Fe-TiAl мікротвердість частинок збільшується порівняно з вихідними порошками на 1320 МПа, 1030 МПа та 1200–1400 МПа відповідно. Зміна мікротвердості може бути пов'язана зі зміною фазового складу частинок та утворенням в них оксидів у процесі розпилення. Однак достатнього підтвердження цього не приводиться (табл. 4.4).
3. Як визначали вміст азоту, вуглецю та бору у гранулах (рис. 4.9. та 4 10, табл.2.3) з такою високою точністю?
4. Необхідно більш детально пояснити чому при розпиленні металопорошкових дровів у гранулах утворюються оксиди заліза, а не

оксиди алюмінію (табл.5.5).

5. Мала мікротвердість покриттів та їх фазовий склад може свідчити про неповну взаємодію компонентів в процесі розпилення металокерамічних порошків як наслідок втрати тугоплавких компонентів на дистанції напилення покриттів (табл.6.12).
6. Бажано більш детально пояснити чому зменшення дистанції напилення покриттів від 120 до 80 мм так кардинально підвищує фізико-механічні характеристики покриттів (стор. 256 та 257). Можливо, це зв'язано із підвищенням температури основи на яку напилюють покриття.
7. Необхідно пояснити яким чином додаток наномодифікатора ZrO_2 підвищує мікротвердість зливка (стор. 200).

Однак відзначені недоліки та зауваження не зменшують загального високого рівня роботи та цінності отриманих результатів.

Загальний висновок.

Дисертаційна робота містить наукові положення, які раніше не були захищені, і нові науково-обґрунтовані результати досліджень відповідають паспорту спеціальності 05.02.01 – матеріалознавство, як за формулою спеціальності, так і за напрямками досліджень.

За обсягом виконаних досліджень, їх новизною, науковою та практичною значимістю одержаних результатів та їх рівнем представлена робота відповідає вимогам п.п. 7 та 9 Порядку присудження та позбавлення наукового ступеня доктора наук, затвердженою постановою № 1197 Кабінету Міністрів України від 17 листопада 2021 року щодо докторських дисертацій, а її автор Бурлаченко Олексій Миколайович заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – матеріалознавство.

Офіційний опонент,

доктор технічних наук, професор,
провідний науковий співробітник
відділу матеріалознавчих основ інженерії
поверхні Фізико-механічного інституту
ім. Г. В. Карпенка НАН України

Михайло **Михайло СТУДЕНТ**



Михайло Студент
СВІДЧУЮ
В.В. Корній
В.В. Корній