

«УТВЕРЖДАЮ»



Директор ИСМАН
профессор, чл.-корр. РАН

М.И. Алымов

« » 2022 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Фадеева Андрея Андреевича

«Формирование порошков псевдосплавов на основе вольфрама в термической плазме электродугового разряда» представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.9 (01.04.08) - «Физика плазмы».

Актуальность диссертационной работы

Работа посвящена исследованию процесса получения в термической плазме нанопорошков компонентов псевдосплавов на основе вольфрама для создания объемных наноструктурных материалов, обеспечивающих значительное повышение эксплуатационных характеристик. Псевдосплавы на основе вольфрама обладают совокупностью уникальных свойств - высокими значениями плотности, прочности, теплопроводности, коррозионной стойкости, что определяет их широкое использование в различных технических приложениях. К настоящему времени в результате многочисленных исследований установлено, что уменьшение размера зерна в металлических материалах обеспечивает значительное повышение их физико-механических и эксплуатационных характеристик, что обеспечивает неослабевающий интерес к созданию материалов с предельно малым размером зерна – наноструктурных материалов, в том числе псевдосплавов на основе вольфрама. Для уменьшения размера зерна в псевдосплавах наибольшее внимание уделяется использованию для компактирования наноразмерных металлических композиций. При этом получение наноразмерных металлических композиций является определяющей стадией для последующего создания микро- и наноструктурных псевдосплавов, т.к. свойства исходных порошков определяют протекание последующих процессов их компактирования. Используемые в настоящее время методы получения наноразмерных порошков вольфрамовых псевдосплавов, а также их компонентов являются малопроизводительными

и энергозатратными. Предложенный и описанный в диссертационной работе новый подход к получению наноразмерных металлических композиций плазмохимическим методом создает основы новой высокопроизводительной технологии получения наноразмерных металлических композиций, необходимых для создания наноструктурных псевдосплавов на основе вольфрама. В связи с этим, данная работа представляется актуальной.

Предложенные Фадеевым А.А. научные положения строго аргументированы, обоснованы как теоретически, так и подтверждены практически и экспериментально. Приведенные достоверные научные результаты могут быть применены для решения многих научных и прикладных задач.

Цель исследования

Целью исследования является экспериментальное изучение процесса формирования порошков псевдосплавов на основе вольфрама в термической плазме электродугового разряда, включающее исследование процесса плазмохимического синтеза нанопорошков системы W-Ni-Fe и процесса плазменной сфероидизации микрогранул на их основе.

Для достижения поставленной цели исследования автором диссертационной работы решены следующие задачи:

1. Проведены термодинамические расчеты равновесных энерготехнологических характеристик процесса получения нанопорошков системы W-Ni-Fe в термической плазме.
2. Проведены экспериментальные исследования процесса получения нанопорошков системы W-Ni-Fe в потоке термической плазмы электродугового разряда в реакторе с ограниченным струйным течением. Определить возможные конструктивные и технологические способы управления дисперсным составом получаемых нанопорошков.
3. Разработан и обоснован механизм формирования композитных наночастиц системы W-Ni-Fe при их получении в термической плазме электродугового разряда.
4. Проведено испытание полученных нанопорошков системы W-Ni-Fe в процессе плазменной сфероидизации нанопорошковых гранул, изготовленных на их основе.
5. Исследованы физико-химические свойства и структуры полученных порошковых материалов.

Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов и приложений, изложена на 194 страницах, список литературы включает 204 источника.

Во введении дана общая характеристика работы, в том числе ее цель и актуальность, основные задачи, научная и практическая значимость результатов исследования, положения, выносимые на защиту.

В первой главе автором диссертационной работы выполнен литературный обзор, в котором описаны свойства и области применения псевдосплавов на основе вольфрама. Проведен сравнительный анализ известных отечественных и зарубежных результатов исследований процессов получения в термической плазме металлических нанопорошков, которые являются компонентами вольфрамовых псевдосплавов. Обоснованы предлагаемые новые научно-технические принципы и подходы к созданию высокоэффективных наноструктурных материалов и изделий из них.

Во второй главе описаны используемые в работе исходные материалы и технологии получения нанопорошков, а также микропорошков со сферической формой частиц. Приведены характеристики экспериментального оборудования. Описана методика расчетов основных параметров исследуемых процессов, а также методы проведения физико-химических анализов исследуемых объектов.

Третья глава описывает выполненные расчеты энерготехнологических показателей плазменного процесса получения композитных наночастиц системы W-Ni-Fe на основании расчетов равновесных составов и термодинамических свойств при использовании программного комплекса ТЕРРА. В результате выполненного расчета автором диссертационной работы определены: состав и выход конечных продуктов, затраты энергии на их получение, а также необходимый уровень энтальпии потока плазмы для осуществления плазмохимического синтеза нанопорошкового материала. Необходимо отметить, что данная глава содержит теоретическое обоснование возможного механизма образования композитных частиц системы W-Ni-Fe со структурой ядро-оболочка, где вольфрам-ядро, а оболочка-Ni и Fe. При этом автором диссертационной работы показано, что начиная с 6-ти кратного избытка восстановителя (по отношению к стехиометрически необходимому в реакции восстановления исходного оксидного сырья) термодинамических ограничений процесса формирования композитных частиц системы W-Ni-Fe нет.

Четвертая глава описывает комплекс исследований, посвященный изучению процессов плазмохимического синтеза нанопорошков индивидуальных металлов вольфрама (W) и никеля (Ni), которые являются компонентами псевдосплава системы W-Ni-Fe, а также объекта исследования – нанопорошка системы W-Ni-Fe. Автором диссертационной работы показано, что процесс плазмохимического синтеза исследуемых нанопорошков позволяет получать нанопорошковый продукт в широких диапазонах изменения его физико-химических свойств. Экспериментально определены параметры плазмохимического синтеза нанопорошка системы W-Ni-Fe, при которых обеспечивается

наибольшая полнота переработки исходного оксидного дисперсного сырья: использование электродугового плазмотрона с фиксированной длиной дугового разряда; использование двухканальной схемы смешения исходного сырья с плазменной струей; использование в качестве исходного сырья смеси порошков оксида вольфрама с никелем и железом; использование плазмохимического реактора «горячего» типа с установленной форкамерой. С использованием комплекса локальных и поверхностно-чувствительных методов химического анализа подтвержден и описан механизм формирования композитных частиц системы W-Ni-Fe со структурой ядро-оболочка, где вольфрам-ядро, а оболочка-Ni и Fe.

Пятая глава посвящена испытанию полученных наноразмерных порошков системы W-Ni-Fe в процессе плазменной сфероидизации их нанопорошковых микрогранул. В результате процесса электродуговой плазменной сфероидизации нанопорошковых микрогранул системы W-Ni-Fe показана возможность получения плотных частиц сферической формы в диапазоне размеров от 20 до 50 мкм с субмикронной внутренней структурой.

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

Научная новизна исследования и полученных результатов

В качестве основных результатов представленной работы, имеющих выраженную научную новизну можно отметить следующие:

- Подтверждение научной новизны диссертационной работы является получение патента РФ на изобретение «Сферический порошок псевдосплава на основе вольфрама и способ его получения» (Патент РФ № 2707455 от 26.11.2019), а также патента РФ на изобретение «Плазменная установка для сфероидизации металлических порошков в потоке термической плазмы» (Патент РФ № 2756327 от 29.09.2021).
- Впервые предложен и экспериментально исследован новый метод получения наноразмерных многокомпонентных металлических композиций вольфрамовых псевдосплавов системы W-Ni-Fe со средним размером частиц 70 нм в результате конденсации из газовой фазы, протекающей при охлаждении потока термической плазмы.
- Определены возможные конструктивные и технологические способы управления физико-химическими свойствами наноразмерных металлических композиций при получении в плазменном реакторе с ограниченным струйным течением.
- Впервые предложен и экспериментально исследован процесс получения микропорошков вольфрамовых псевдосплавов системы W-Ni-Fe с размером частиц от

20 до 50 мкм, имеющих сферическую форму частиц с субмикронной внутренней структурой, для использования в технологиях аддитивного производства.

- Сформулированы и экспериментально подтверждены основные положения механизма формирования в термической плазме электродугового разряда композитных наночастиц системы W-Ni-Fe, обладающие структурой «ядро-оболочка», где ядро - вольфрам, а оболочка (толщиной от 2 до 5 нм) - трёхкомпонентный сплав W-Ni-Fe.

Практическая значимость

Полученные в работе научные результаты легли в основу разработок и испытаний новых схем изготовления наноструктурных псевдосплавов на основе вольфрама и изделий из них с повышенными функциональными характеристиками, включающие стадии плазмохимического синтеза нанопорошков системы W-Ni-Fe и их высокоскоростного спекания методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС). По результатам испытаний полученных опытных образцов установлено достижение в них равномерной субмикронной структуры.

Результаты экспериментальных исследований процесса получения нанопорошков системы W-Ni-Fe в потоке термической плазмы использованы при выполнении исследовательской работы по Гранту РФФИ 11-08-12044-офи-м-2011 на тему «Разработка физико-химических основ процесса получения в термической плазме нанопорошков компонентов псевдосплавов на основе вольфрама для создания объемных наноструктурных материалов, обеспечивающих значительное повышение эксплуатационных характеристик».

Получен патент РФ на изобретение «Сферический порошок псевдосплава на основе вольфрама и способ его получения» (Патент РФ № 2707455 от 26.11.2019).

Получен патент РФ на изобретение «Плазменная установка для сфероидизации металлических порошков в потоке термической плазмы» (Патент РФ № 2756327 от 29.09.2021).

Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения проекта по теме «Разработка технологии и оборудования для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения с целью перехода промышленности Российской Федерации к новому типу производства продукции в рамках шестого технологического уклада», выполняемого в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы». В результате выполнения проекта спроектирована,

изготовлена и введена в эксплуатацию в АО «Гиредмет» экспериментальная установка плазменной сфероидизации металлических порошков.

Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения проекта, выполняемого в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы», по разработке узкофракционных сферических порошков из жаропрочных сплавов на основе алюминидов никеля. В результате выполнения проекта получен патент РФ на изобретение «Способ получения узкофракционных сферических порошков из жаропрочных сплавов на основе алюминидов никеля» (Патент РФ №2681022 от 26.06.2018).

Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения НИОКР по теме: «Разработка и изготовление экспериментального образца лабораторной установки плазменной сфероидизации порошка титана» по Договору поставки научно-технической продукции, заключенному между ИМЕТ РАН и Институтом высоких технологий, Харбин, КНР.

Полученные в работе научные результаты использованы в ходе выполнения работ по Договору на поставку и монтаж установки плазменной сфероидизации металлического порошка ИМЕТ УПСМ3050. В результате выполнения проекта спроектирована, изготовлена и испытана установка плазменной сфероидизации металлического порошка в ФГУП «ВИАМ».

Полученные в работе научные результаты использованы при разработке в ООО «НПО «Металл» электродного материала марки СТИМ-ЗБВн, модифицированного тугоплавкими нанодисперсными компонентами. Детали из титанового сплава BT 20 типа «Фланец», «Стакан», «Обтюратор», упрочненные электродными материалами марки СТИМ-ЗБВн прошли стендовые ресурсные испытания в полном объеме и рекомендованы для внедрения в технологический процесс изготовления авиационного двигателя 117С, разработанного научно-техническим центром им. А. Люльки ОАО «НПО «Сатурн» (г. Москва). В настоящее время данные электродные материалы марки СТИМ-ЗБВн поставляются на предприятия: Публичное акционерное общество «ОДК-Уфимское моторостроительное производственное объединение» (ПАО «ОДК-УМПО»; г. Уфа); Лыткаринский машиностроительный завод – филиал ПАО «ОДК-УМПО» (г. Лыткарино, Московская область); Акционерное общество «Научно-производственный центр газотурбостроения «Салют» (г. Москва).

Степень обоснованности и достоверности научных положений

Научные положения и выводы диссертации теоретически обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность и обоснованность результатов работы подтверждаются большим объемом экспериментальных данных, их обработкой, применением широкого спектра современного оборудования, стандартных методик и тщательным анализом полученных результатов в полном соответствии с современными концепциями материаловедения порошковых и композиционных материалов.

Подтверждение опубликования основных положений, результатов, выводов и заключений диссертации

Основное содержание выполненной работы в полной мере изложено в 22 печатной работе: 20 статей опубликовано в рецензируемых журналах, из них 3 статьи в журналах, рекомендованных ВАК, 2 статьи в журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus; 14 статей в сборниках материалов конференций; 2 патента РФ на изобретения.

Основные результаты проведенных исследований были доложены и обсуждены на научных конференциях международного уровня.

Личное участие соискателя

Личное участие соискателя выражается в постановке цели работы, формулировке задач, планировании и организации исследований, разработке методик и проведении экспериментов, обработке и анализе экспериментальных данных, а также участии во внедрении разработок.

Оценка содержания работы

Следует положительно оценить содержание глав работы, ее апробацию в публикациях и на конференциях.

Аннотация диссертации полностью отражает содержание диссертационной работы.

Основные замечания по диссертации:

1. В главе 1 (раздел 1.2) аналитического обзора литературы автором диссертационной работы указано: «как показывают оценки, себестоимость нанопорошков, производимых по плазменным технологиям в производственных условиях, должна незначительно отличаться от себестоимости традиционных» порошков». Данное

утверждение не находит своё подтверждение в тексте диссертационной работы, отсутствуют ссылки на источники полученной информации.

2. В описание методики экспериментальных исследований (Глава 2, раздел 2.1.1) нет четкого определения, какой тип электродугового плазмотрона используется в процессах плазмохимического синтеза нанопорошков, а какой в процессах плазменной сфероидизации.

3. Выбор конструктивной схемы узла смешения дисперсного сырья с плазменным потоком автором диссертационной работы основан на необходимости интенсивного перемешивания реагентов в высокотемпературной зоне, а также обеспечения высокого ресурса непрерывной работы. Указано, что порошковое сырьё транспортирующим газом подавалось в плазменную струю под углом 45° через один или два канала, при этом данный выбор не очевиден и не обоснован.

4. В главе 4 (раздел 4.1) описаны конструктивно-технологические характеристики работы электродугового плазмотрона в процессе переработки исходного оксидного дисперсного сырья, а также указано, что энергетический вклад в процессе плазмохимического синтеза нанопорошков является важным фактором, который определяет скорость фазовых и химических превращений, а также время пребывания газодисперсной системы в высокотемпературной реакционной зоне. Было бы полезно указать временные интервалы пребывания газодисперсной системы в высокотемпературной реакционной зоне в процессах плазмохимического синтеза нанопорошков, а также в процессе плазменной сфероидизации нанопорошковых микрогранул.

5. На рисунке 86в представлена микрофотография внутренней структуры частицы сфероидизированного продукта системы W-Ni-Fe с размером зерен в диапазоне от 0,5 до 2 мкм, однако не совсем понятно, характерна ли данная структура для всех представленных частиц на рисунке 86а-б.

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

Заключение

Диссертация Фадеева Андрея Андреевича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует установленным в п. 9 положения о порядке присуждения ученых степеней утвержденному Правительством Российской Федерации от 24 сентября 2013г. №842, в которой содержится решение задачи, имеющей

существенное значение для порошковой металлургии и технологий аддитивного производства в области разработки физико-химических основ и эффективных технологических процессов наноструктурирования неорганических и высокочистых материалов, которые обладают высокими физико-механическими и эксплуатационными свойствами. Ее автор Фадеев Андрей Андреевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.9 (01.04.08) - «Физика плазмы».

Отзыв составлен и принят на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций соискателя, обсуждения доклада Пономарева В.А. на заседании тематического семинара ИСМАН «Материалообразующие процессы горения и взрыва» 30.06.2022 г. Протокол № 9 от 30.06.2022 г.

Председатель семинара,
главный научный сотрудник
лаборатории жидкофазных СВС-процессов
и литых материалов ИСМАН,
доктор технических наук, профессор



Юхвид
Владимир Исаакович

Рецензент: зам. директора по науке ИСМАН,
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

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

142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 8.
Тел.: 8 (49652) 46-376, Факс: 8 (49652) 46-222, E-mail: isman@ism.ac.ru,

Сведения о ведущей организации
по диссертации

Фадеева А.А. «Формирование порошков псевдосплавов на основе вольфрама в термической плазме электродугового разряда», представляемую на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.9 (01.04.08) - «Физика плазмы».

Полное наименование организации в соответствии с уставом	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук
Сокращенное наименование организации в соответствии с уставом	ИСМАН
Ведомственная принадлежность	Министерство науки и образования
Почтовый индекс, адрес организации	142432 Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна д.8
Веб-сайт	http://www.ism.ac.ru
Телефон	+7(49652)46-376
Адрес электронной почты	isman@ism.ac.ru
Список основных публикаций работников структурного подразделения, составляющего отзыв, по теме диссертации за последние 5 лет (не более 15 публикаций)	
1. Вадченко С.Г., Суворова Е.В., Мухина Н.И., Ковалев И.Д., Илларионова Е.В. Формирование структуры псевдосплавов Cu-W при различных методах их получения // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2021. Т. 15. № 1. С. 12-20. 2. Шкодич Н.Ф., Вергунова Ю.С., Кусков К.В., Трусов Г.В., Ковалев И.Д. Наноструктурированный градиентный материал на основе псевдосплава Cu-Cr-W, полученный методами высокоэнергетической механической обработки и искрового плазменного спекания // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2020. № 2. С. 55-65. 3. Щукин А.С., Вадченко С.Г., Сычёв А.Е. Особенности формирования микроструктуры в системе Ni-Al-W в процессе СВС // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2017. № 2. С. 72-78. 4. Давыдов С.В., Петров Е.В. Спинодальный распад вольфрамсодержащих фаз в функциональных покрытиях, получаемых в высокоэнергетических процессах имплантации // Журнал технической физики. 2017. Т. 87. № 8. С. 1195 5. Скрыбин А.С., Сычев А.Е. О плазмохимической переработке мелкодисперсных частиц монооксида кремния в аргон-водородных плазменных потоках // Теплофизика высоких температур. 2022. С. 1-4. 6. Григорьев Е.Г., Гольцев В.Ю., Осинцев А.В., Плотников А.С., Стрижаков Е.Л., Нескормный С.В., Виноградов В.Г., Агеев С.О. Преимущества высоковольтной консолидации порошков карбида гафния и сплавов на основе вольфрама // В книге: Nonequilibrium processes: Recent accomplishments. Moscow, 2020. С. 190. 7. Силаков С.Л., Юхвид В.И. Химические, фазовые и структурные превращения при горении смесей на основе оксида вольфрама с алюминием // Химическая физика. 2019. Т. 38. № 1. С. 49.	

8. Щукин А.С., Сычёв А.Е. Влияние добавки NiO на взаимодействие в системе Ni-Al-W в условиях самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // Физика горения и взрыва. 2018. Т. 54. № 4. С. 55-63.
9. Сеплярский Б.С., Ивлева Т.П., Алымов М.И. Макрокинетический анализ процесса пассивации пирофорных порошков // Доклады Академии наук. 2018. Т. 478. № 3. С. 310-314.
10. Юхвид В.И., Андреев Д.Е., Санин В.Н., Икорников Д.М. Центробежная свс-металлургия жаропрочных сплавов // Горение и плазмохимия. 2021. Т. 19. № 2. С. 93-102.
11. V. N. Sanin, D. M. Ikornikov, D. E. Andreev, V. I. Yukhvid, B. Derin, and O. Yucel. Protective Mo₂NiB₂-Ni Coatings by Centrifugal Metallothermic SHS. *Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth.* 2015, Vol. 24, No. 3, pp. 161-170/
12. Yu. R. Kolobov, S. A. Bozhko, O. A. Golosova, V. N. Sanin, D. M. Ikornikov, and V. I. Yuxhvid. Fine Grained Co-Cr-Mo Alloy by Combined Use of SHS and Thermomechanical Treatment. *Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth.*, October 2015, Volume 24, Issue 4, pp 231-235.
13. Sevinch Rahimi Moghaddam, Bora Derin, Onuralp Yucel, M. Seref Sonmez, Meltem Sezen, Feray Bakan, Vladimir N Sanin and Dimitriy E Andreev. Production of Mo₂NiB₂ Based Hard Alloys by Self-Propagating High-Temperature Synthesis. *High Temperature Material Processes.* 2019; 38:683-691.
14. 93. V.N. Sanin, D.M. Ikornikov, O.A. Golosova, D. E. Andreev, V. I. Yuxhvid. Centrifugal Metallothermic SHS of Cast Co-Cr-Fe-Ni-Mn-(X) Alloys. *Russ. J. Non-ferrous Metals.* 61, 436-445 (2020).

Заместитель директора
д.т.н.



В.Н. Санин
М.п.