

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертаційну роботу

Теслі Сергія Юрійовича на тему «Закономірності отримання порошкових сплавів Al-Fe триботехнічного призначення», представлену на здобуття ступеня доктора філософії в галузі знань 13 Механічна інженерія за спеціальністю 132 Матеріалознавство

Актуальність теми дисертації.

Сучасне матеріалознавство засноване на пошуку та створенні матеріалів з унікальними властивостями, які б дозволяли конструювати вузли багатофункціонального призначення. Одним з ключових критеріїв пошуку нових матеріалів є їх висока питома міцність, низька густина, висока твердість, зносостійкість та окалинотійкість. Особливо гострою стоїть проблема пошуку багатофункціональних матеріалів для вузлів тертя. У парах тертя досить часто виникає необхідність не лише забезпечувати стабільний коефіцієнт тертя та низький рівень зношування, але й виконувати ряд спеціальних функцій. Так для прикладу контактні пластини для комутації мережі електротранспорту виконують також функцію провідника електричного струму, там повинні мати високу міцність для уникнення руйнування під час експлуатації. Перспективними матеріалами для створення багатофункціональних матеріалів є сплави системи Al-Fe, де в ролі зміцнюючої фази виступають інтерметалеві частинки. Гетеро фазна структура сплаву може бути використана як для розробки конструкційних так і триботехнічних вузлів. Однак, отримання оптимальних властивостей даних сплавів досить ускладнене процесами кристалізації та формування крупних зерен інтерметалідів, які суттєво знижують механічні властивості та не дозволяють використовувати дані матеріали в промисловості. Можливим варіантом отримання сплавів є використання методів порошкової металургії для зниження розміру зерен сплаву.

Тому в роботі Теслі С. Ю. основний фокус досліджень спрямований на розробку умов отримання порошків сплаву Al-15Fe з високою дисперсністю інтерметалідів, для забезпечення високих експлуатаційних властивостей в умовах тертя.

Оцінка обґрунтованості наукових результатів дисертації, їх достовірності та новизни.

Наукова новизна результатів дисертаційного дослідження полягає в наступному:

1. Вперше вивчені процеси отримання порошків дисперсно-зміцненого сплаву алюмінію легованого 15 мас. % заліза методом механічного диспергування розплаву. Встановлено, що за рахунок високої швидкості охолодження відбувається утворення метастабільної фази Al_6Fe , яка може дисперснозміцнювати сплав $Al-15Fe$. Встановлено механізм формування гранулометричного складу порошків та їх структури. Відповідно до запропонованих теоретичних засад процесу отримання порошків розмір частинок впливає на розмір інтерметалевої зміцнюючої фази та її морфологію, що зумовлено градієнтом температур по перетину частинок під час їх охолодження. Так, для порошків менших за 150 мкм розмір інтерметалідів складає менше 1 – 5 мкм, а для частинок більше 200 мкм – 7 – 15 мкм.

Вказаний пункт наукової новизни розкрито у розділі 3 дисертації. Наведено результати теоретичних розрахунків процесу диспергування з урахуванням теплофізичних параметрів розплаву. Показані розрахункові значення швидкості та часу охолодження та часу сфероїдазації що відображено на рисунках 3.1-3.4. Проведено комплексний аналіз мікроструктури порошків після диспергування, та встановлено його гранулометричний склад. Відповідно до металографічних досліджень показано формування фаз Al_6Fe та $Al_{13}Fe_4$, що підтверджується хімічним та рентгено-фазовим аналізом та виміряно їх розмір.

2. Досліджено закономірності формування мікроструктури порошків сплаву $Al-15Fe$. Показано, що в отриманих механічним диспергуванням порошках, мікроструктура складається з матриці із твердого розчину алюмінію та рівномірно розподілених фаз інтерметалідів. Встановлено механізм структуроутворення, згідно з яким метастабільна фаза Al_6Fe кристалізується у вигляді дисперсних частинок розміром 1 – 3 мкм та у вигляді стільникової евтектики яка складається з двох взаємо переплєтених дендритів $\alpha-Al$ та Al_6Fe . Зміна морфології частинок інтерметалідів зумовлено зміною швидкості евтектичної кристалізації, яка є функцією від швидкості охолодження.

В практиці порошкової металургії зустрічаються спроби синтезу порошків сплавів $Al-Fe$ методами розпилювання газами та рідинами високого тиску, а також імпульсними методами диспергування, проте отримання порошків механічним диспергуванням запропоновано вперше. На відміну від згаданих методів запропонований підхід має не лише високу ефективність, але й має на багато простіше апаратне оформлення, що дозволяє спростити процес масштабування виробництва порошків. Локальні флуктуації розмірів інтерметалідів дисертант описує з використанням експериментальних даних та підтверджених імітаційним моделюванням (розділ 3, рис. 3.10) розподілом температурного поля. За оптимальних умов отримання вдається отримати порошки із середнім розміром армуючих частинок 1-2 мкм, що дозволяє відносити даний клас матеріалів до дисперсно зміцнених.

3. В роботі вперше отримані фундаментальні дані щодо властивостей інтерметаліду $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, які можуть бути використані під час моделювання матеріалів за його участю. Розроблено технологію його отримання яка заснована на синтезі виливків $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, з подальшим їх подрібненням з метою отримання порошку та консолідацією методом іскро-плазмового спікання за $1150\text{ }^\circ\text{C}$, протягом 10 хв, в середовищі аргону за тиску 16 кН. Модуль пружності інтерметаліду складає 180 ± 10 ГПа, мікротвердість 1000 ± 15 HV, межа міцності на згин – 63 ± 5 МПа, коефіцієнт теплопровідності 20 ± 3 Вт/м×К, питомий електроопір – $2 \pm 0,7 \times 10^{-6}$ Ом×м.

Інтерметалід типу $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ досить часто зустрічається як в сплавах алюмінію так і титану, а також в різних квазікристалічних системах. В наявних дослідженнях не проводився на стільки комплексний підхід щодо отримання та дослідження чистого інтерметаліду. На сьогоднішній день в літературі відмічались виключно спроби аналізу властивостей сплавів методами мікродюриметрії, тому отримані дані мають не лише теоретичний, але й значний практичний інтерес для дослідників різних систем подібного складу. Автором проведені різносторонні вимірювання механічних, теплових, електричних властивостей з використанням сучасного обладнання, результати досліджень на якому не викликає сумнівів.

4. Вперше встановлені закономірності отримання сплавів триботехнічного призначення $\text{Al-15Fe-C(MoS}_2\text{)}$ методами пресування з наступним спіканням і гарячою штамповкою. Вивчені їх властивості та встановлена їх природа.

У розділі 6 наведено основні закономірності отримання та оптимізації технологічних режимів і складу матеріалу. Показано вплив тиску пресування та середовища спікання на мікроструктуру. Вибрано два типи твердих мастил різної природи для більш повного опису процесу тертя, та характеристики матеріалу в цілому. Показана висока ефективність запропонованих методів.

5. Встановлено механізм тертя, згідно якому під час взаємодії поверхонь контр тіла та сплаву $\text{Al-15Fe-C(MoS}_2\text{)}$ відбувається диспергування зерен інтерметаліду та армування продуктами його руйнування матриці сплаву. У наслідок дії даного механізму збільшується зносостійкість і зменшується коефіцієнт тертя.

Вказане положення розкрито шляхом аналізу процесів тертя та зношування на кривих зміни коефіцієнтів тертя (рис. 6.6-6.7) та під час розгляду топології поверхонь зношування (рис. 6.9-6.10). Показано взаємозв'язок між дослідженими механічними властивостями природою вихідних матеріалів на закономірності процесів тертя та зношування.

6. Встановлено, що більш високу зносостійкість і найменший коефіцієнт тертя мають матеріали з композиції $\text{Al-15Fe-1,5 \% MoS}_2$ які отримано гарячим штампуванням. Добавки дисульфиду молібдену дозволяють отримати вищу якість поверхні тертя, ніж добавки графіту, що пов'язано зі складною

кристалічною структурою MoS_2 . Дисульфід молібдену складається з оксидно-сульфідних шарів, зі слабкими зв'язками, які сприяють підвищенню антифрикційних властивостей та зниженню адгезійного зношування.

Вказаний пункт наукової новизни є продуктом комплексного аналізу процесів зношування для різних складів сплавів під час тертя об стальне та мідне контр тіло. Показана висока ефективність дисульфиду молібдену під час тертя, відмічається відсутність задирів та адгезійних схоплювань.

Наукові дослідження були виконані здобувачем на кафедрі високотемпературних матеріалів та порошкової металургії КПІ ім. Ігоря Сікорського під керівництвом професора, кандидата технічних наук, професора кафедри ВТМ та ПМ Степанчука Анатолія Михайловича.

Отже, в дисертаційній роботі поставлене наукове завдання виконано повністю, здобувач повною мірою оволодів методологією наукової діяльності.

Оцінка змісту дисертації, її завершеність та дотримання принципів академічної доброчесності.

За своїм змістом дисертаційна робота здобувача Теслі Сергія Юрійовича повністю відповідає Стандарту вищої освіти зі спеціальності 132 Матеріалознавство та напрямкам досліджень відповідно до освітньої програми Матеріалознавство.

Дисертаційна робота є завершеною науковою працею і свідчить про наявність особистого внеску здобувача у науковий напрям «Порошкові композиційні матеріали».

Розглянувши звіт подібності за результатами перевірки дисертаційної роботи на текстові співпадиння, можна зробити висновок, що дисертаційна робота Теслі Сергія Юрійовича є результатом самостійних досліджень здобувача і не містить елементів фальсифікації, компіляції, фабрикації, плагіату та запозичень. Використані ідеї, результати і тексти інших авторів мають належні посилання на відповідне джерело.

Мова та стиль викладення результатів

Дисертаційна робота написана українською мовою із використанням сучасної наукової термінології. Структура дисертації побудована логічно, послідовно з наведенням відповідного доказового матеріалу. Дисертація складається зі вступу, 6 розділів, висновків, списку літератури та додатків. Загальний обсяг дисертації 172 сторінок.

У **вступі** вказані основні причини вибору даної теми дослідження, сформульовані чіткі завдання та цілі, які дисертантом будуть вирішені в межах дослідження. Зазначено комплекс методів які були використані для аналізу

результатів роботи та розкритий зв'язок роботи з науковими програмами. Сформульовані основні пункти наукової новизни та надано інформацію про можливе науково-практичне значення отриманих результатів. Надано інформацію щодо апробації та представлення результатів дисертаційної роботи та особистого внеску здобувача.

У **першому** розділі дисертаційної роботи здійснено глибокий аналіз літературних джерел сучасного стану отримання порошкових матеріалів триботехнічного призначення. В даному розділі розкрито вплив різних факторів на закономірності процесів тертя, показані ключові матеріали та методи отримання, визначено перспективність використання сплавів Al-Fe та їх властивостей, показані ключові підходи щодо отримання даних сплавів в порошковому стані. Також висвітлюється проблема обмеженої кількості інформації з точки зору оптимізації технологічного процесу отримання сплавів з дисперсно зміцненою структурою.

У **другому** розділі роботи надано інформацію щодо особливостей проведення дослідження із зазначенням методики та запропонованих технологічних параметрів процесу отримання порошків та їх подальшого ущільнення методами вільного спікання та гарячого штампування. Надані детальні фізико-технологічні параметри процесів, обладнання. Описано ключові особливості сучасних методів та підходів щодо аналізу матеріалів методами електронної мікроскопії, рентгенофазового аналізу, дюрOMETричних, механічних та триботехнічних досліджень.

Третій розділ присвячено аналізу теоретичних та технологічних засад процесу отримання порошків Al-15Fe розпилюванням. Під час аналітичного опису було показано, що отримання сплавів Al-15Fe з високою дисперсністю фаз може бути досягнуто лише за швидкостей охолодження більше 10^6 °C/с. Відмічається, що швидкість охолодження під час отримання порошків є досить чутливою величиною до розміру частинок. Для порошків розміром 50 мкм швидкість охолодження складає $2,05 \times 10^7$ °C/с в той же час для частинок 250 мкм $1,23 \times 10^7$ °C/с. Аналіз фазового складу вказує на формування метастабільного стану, який зумовлений високою швидкістю охолодження та узгоджується з наведених автором літературними даними. В ході підбору технологічних параметрів процесу отримання порошків показано, що оптимальними умовами отримання порошків методом механічного диспергування розплаву: швидкість обертання лопаток 2800 об/хв, температура розвалу 1250 °C.

У **четвертому** розділі автором розглянуті ключові закономірності ущільнення порошків методами пресування з наступним спікання у середовищі

водню та імпульсного методу гарячого штампування. Було проведено аналіз впливу розміру частинок порошків на процеси компактування та здійснено відповідний аналітичний опис згідно з рівняннями М. Ю. Бальшина. Значну увагу приділено пресуванню порошків різних фракцій. Показано, що зміна величини щільності має складний характер. Так під час ущільнення порошків розміром 50 мкм і менше за низьких тисків на перших етапах структурної деформації відносна щільність нижча порівняно з частинками 250 мкм, хоча подальше збільшення тиску змінює хід залежностей до навпаки. Автор роботи пояснює це тим, що на етапі структурної деформації важливе місце займає взаємне переміщення частинок порошків, оскільки внутрішнє тертя між частинками дрібних порошків вище (за рахунок високої питомої поверхні) їх щільне укладання потребує вищих тисків. Подальше збільшення зусилля активує процеси пластичної деформації, за яких заповнення пустот між дрібними частинками під дією тиску протікають простіше порівняно з крупними. Спінання отриманих брикетів автором пропонується здійснювати в умовах твердофазного спінання у середовищі водню в інтервалі температур 500 – 600 °С протягом 30 хв. Під час спінання відбуваються прояви від'ємної усадки, яка зумовлена кристалографічним переходом метастабільної фази Al_6Fe у $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Для уникнення процесів перетворення та підвищення властивостей сплавів запропоновано імпульсний метод – гарячого штампування за енергії 2,5 кДж та температури попереднього нагріву 500 °С.

У п'ятому розділі представлені результати щодо синтезу чистого інтерметаліду $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ та модельні дослідження властивостей сплавів за його участю. Отримано комплекс фундаментальних властивостей чистого $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, за рахунок яких можливо проводити як математичне так й імітаційне моделювання властивостей сплавів та композитів. Запропоновано технологічні засади отримання інтерметаліду методами литва з подальшим подрібненням та іскроплазмовим спінанням. Автором особливу увагу приділено математичній обробці отриманих даних з метою отримання визначення теоретичних значень межі міцності та текучості в умовах одновісного розтягу та стиску.

Показано, що модельні значення міцності на розтяг сплаву складає 350 МПа. Для експериментально отриманих сплавів гарячим штампуванням значення міцності дещо нижчі, а саме 250 МПа, що на думку автора зумовлено граничними умовами моделей, наявністю дефектів, не рівномірному розподілу за об'ємом та розмірами частинок інтерметалідів, їх відхилення від сферичної форми тощо. Оскільки під час тертя важливе місце мають теплові властивості сплавів, а саме теплопровідність, автором розглянуто ключові теоретичні моделі визначення теплопровідності, запропоновано аналіз теплових властивостей з урахуванням перколяцій за допомогою імітаційного моделювання. Модельний

аналіз сплаву Al–15Fe показує, що коефіцієнт теплопровідності змінюється в межах $145 - 150 \pm 8 \text{ Вт/м}\times\text{К}$.

Під час тертя можливі акумуляція та виділення великої кількості теплоти в зоні тертя, що може призводити до значних окисних процесів на поверхні деталей. Дисертантом проведено глибокий теоретичний та практичний аналіз процесів окиснення за робочих температур $300 - 500 \text{ }^{\circ}\text{C}$ та за температур які значно перевищують температуру плавлення основного компоненту – алюмінію ($700\text{-}900 \text{ }^{\circ}\text{C}$). Показано, що за $300 - 500 \text{ }^{\circ}\text{C}$ процеси зміни маси і, відповідно, окиснення практично не відбуваються, в той же час за $700\text{-}900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ відмічено формування окалини на основі оксиду алюмінію та шпінелі. .

У **шостому** розділі викладено результати дослідження триботехнічних властивостей матеріалів Al-Fe-C (MoS_2). Наведено експериментальні залежності впливу вмісту та типу твердого мастила на триботехнічні характеристики. Показано, що досягнення оптимальних властивостей сплавів можливе за консолідації порошкової шихти Al-15Fe-1,5 % MoS_2 методом гарячого штампування за попереднього нагріву в $500 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Дисертантом показано, що треки зношування вказують на появу крихкого руйнування інтерметалідів, та їх дисперсне зміцнення матриці. В зоні тертя відмічається утворення вторинних структур, як продуктів руйнування інтерметалідів, зношеного шару алюмінію та твердих мастил. Утворення вторинних структур дозволяє стабілізувати коефіцієнт тертя (до 0,05) та знизити величину зношування.

Дисертаційна робота оформлена відповідно до вимог наказу МОН України від 12 січня 2017 р. № 40 «Про затвердження вимог до оформлення дисертації».

Оприлюднення результатів дисертаційної роботи

Наукові результати дисертації висвітлені у 12 наукових публікаціях здобувача, серед яких: 2 статті у наукових виданнях, включених на дату опублікування до переліку наукових фахових видань України; 2 статті у періодичних наукових виданнях, проіндексованих у базах даних Web of Science Core Collection та/або Scopus, з яких 2 статей у виданнях, віднесених до першого — третього кuartилів (Q1—Q3) відповідно до класифікації SCImago Journal and Country Rank або Journal Citation Reports. Також результати дисертації були апробовані на 8 наукових фахових конференціях. Високий рівень представлених здобувачем публікацій повністю підтверджує повноту апробації наукових та практичних результатів отриманих в роботі. Ключові питання дисертації висвітлено у 2 публікаціях, які індексуються базами даних Scopus, що свідчить про високий рівень рецензування та аналізу робіт провідними вченими в предметній області. Таким чином наукові результати наведені в дисертаційній роботі, повністю висвітлено у наукових публікаціях здобувача.

Недоліки та зауваження до дисертаційної роботи.

1. В розділі 3 пункт 3.2.2 під час отримання порошків методом механічного диспергування розплаву дисертантом зазначається, що відбувається формування метастабільної фази Al_6Fe . В тексті роботи не розкрито механізм її формування та кінетичні параметри, які впливають на її кристалізацію.

2. Під час вільного спікання в середовищі водню (Розділ 4, пункт 4.3), спостерігається прояви від'ємної усадки сплаву. В основі запропонованого підходу закладені трансформаційні зміни під час переходу стабільної в метастабільну фазу інтерметаліду з відповідною зміною питомого об'єму. Проте, варто було б також розглянути можливість збільшенню об'єму, за рахунок проявлення ефекту Френкеля I-го роду.

3. Дисертантом в розділ 5 запропоновано отримувати інтерметалід $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ методом лиття з наступним подрібненням виливків і консолідацією порошку методом гарячого пресування. Під час дослідження властивостей нових сполук, зазвичай аналіз властивостей проводять на монокристалічних, а не полікристалічних матеріалах, чим обумовлено вибір запропонованого методу?

4. Дисертантом здійснено ряд досліджень властивостей інтерметаліду з використанням методики вимірювання модулю пружності по кривій напруження – деформація. Відповідно до сучасних підходів даний метод є досить не точним, для точної атестації матеріалів варто було б використовувати методи акустичні чи безперервного вдавлювання.

5. В дисертаційній роботі ущільнення матеріалів проводилось методами вільного спікання та гарячого штампування. Дисертантом показано високу ефективність методу імпульсного ущільнення сплаву. Однак, для штампування порошкових сплавів, традиційним є наступний відпал з метою релаксації напружень та формування металевого контакту. В межах даної роботи вказані операції не проводились.

6. В розділі 6 дисертантом проводився аналіз процесів тертя та зношування в парі із сталним та мідним контр тілом сплавів Al-15Fe без та з добавками твердих мастил. В основі механізму зношування вказується утворення вторинних структур на основ інтерметалідів та твердих мастил, хоча в умовах зношування контактних пластин, де йде постійне видалення продуктів зношування із зони тертя, дані механізми можуть бути не придатними.

Вважаю, що висловлені зауваження не є визначальними і не зменшують загальну наукову новизну та практичну значимість результатів та не впливають на позитивну оцінку дисертаційної роботи.

Висновок про дисертаційну роботу

Вважаю, що дисертаційна робота здобувача ступеня доктора філософії Теслі Сергія Юрійовича на тему «Закономірності отримання порошкових сплавів Al-Fe триботехнічного призначення» виконана на високому науковому рівні, не порушує принципів академічної доброчесності та є закінченим науковим дослідженням, сукупність теоретичних та практичних результатів якого розв'язує наукове завдання, що має істотне значення для 13 Механічна інженерія. Дисертаційна робота за актуальністю, практичною цінністю та науковою новизною повністю відповідає вимогам чинного законодавства України, що передбачені в п.6 – 9 «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціалізованої вченої ради закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії», затвердженого Постановою Кабінету Міністрів України від 12 січня 2022 р. № 44.

Здобувач Тесля Сергій Юрійович заслуговує на присудження ступеня доктора філософії в галузі знань 13 Механічна інженерія за спеціальністю 132 Матеріалознавство.

Офіційний опонент:

Старший науковий співробітник,
Інститут металофізики
ім. Г. В. Курдюмова НАН України
кандидат технічних наук



Олександр СТАСЮК

Підпис засвідчую Учений секретар
ІМФ ім. Г. В. Курдюмова НАН України



Марина САВЧУК



М.П.

«22» Квітня 2024 року