

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР



«Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина»

ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2
Тел.: +7 (495) 777-93-01; факс: +7 (495) 777-93-00
e-mail: chermet@chermet.net
www.chermet.net

«13» 09 2014 год № 4232-1/10
на № от

УТВЕРЖДАЮ:

Генеральный директор
Государственного научного центра
Федерального государственного
унитарного предприятия «Центральный
научно-исследовательский институт
черной металлургии им. И.П. Бардина»



В.В. Семенов

О Т З Ы В ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу ЕГОРОВА МАКСИМА СЕРГЕЕВИЧА
«Научно-технологические принципы межчастичного сращивания спеченных
и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных
ультрадисперсными частицами», представленной на соискание ученой
степени доктора технических наук по специальности
2.6.5 - Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы диссертационного исследования

Порошковая металлургия прочно утвердилась как перспективная технология, позволяющая получать более дешевые, долговечные и ресурсоэффективные изделия по сравнению с традиционными методами, и ее развитие тесно связано с машиностроительными отраслями промышленности.

Изделия, выпускаемые порошковой металлургии востребованы во многих областях отечественной промышленности. Одним из главных потребителей деталей является автомобильная промышленность, которая нуждается в производстве спеченных и горячедеформируемых деталей, обладающих высоким эксплуатационными свойствами.

Большой вклад в развитие порошковой металлургии внесли, такие выдающие ученые как: Бальшин М.Ю., Кипарисов С.С., Анциферов В.Н., Федорченко И.М., Андриевский Р.А., В.В. Скороход, Ковальченко М.С., Дорофеев Ю.Г. В своих трудах они рассматривают вопросы теории спекания порошковых сплавов, теории прессования, вопросы порошкового материаловедения, теоретических основ горячей обработки пористых материалов давлением, динамическое горячее прессование порошковых изделий и многое другое.

Производство спеченных порошковых сталей (ПСС) и горячедеформированных порошковых сталей (ГДПС) остается одним из

перспективных направлений порошковой металлургии, что объясняется высоким уровнем их эксплуатационных свойств и широкой номенклатурой получаемых изделий.

Одним из основополагающих процессов формирования таких сталей является сращивание материала частиц на уже имеющихся и вновь образующихся контактных поверхностях. Понятие сращивания включает в себя всю совокупность процессов, в результате которых структура материала в области бывшей поверхности физического раздела соединяемых составляющих порошкового материала, приближается к зернограничной структуре монолитного материала. Особый интерес представляет исследование влияния добавок ультрадисперсных частиц на межчастичное сращивание. С учетом вышесказанного тема диссертационного исследования Егорова Максима Сергеевича является **актуальной**.

Структура и содержание работы

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка использованных источников и приложений. Общий объем работы составляет 442 страницы, в том числе 55 таблиц, 177 рисунка, 16 страниц приложений. Список литературы включает в себя 243 источника.

Во введении диссертационного исследования представлено обоснование его актуальности, раскрыта научная новизна работы, а также отражена её теоретическая и практическая значимость. Основные положения, выносимые на защиту, достаточно полно и четко сформулированы, при этом отмечен личный вклад автора в проведение исследования

Первая глава посвящена литературному обзору, структурированному в семь подразделов. В этой главе рассмотрены технологические возможности получения высокоплотных порошковых материалов. Показаны аналогии и отличия деформирования компактных материалов и уплотнения пористых сред. Приведено описание технологий консолидации порошкового материала. Наиболее подробно рассмотрены работы по изучению динамического воздействия на уплотняемую пористую заготовку. Проведен анализ механизмов межчастичного сращивания, обусловленных структурными особенностями материала в зонах контактного взаимодействия частиц порошка. Указывается на различие межчастичных поверхностей сращивания, сформированных при различных технологических операциях получения порошкового материала. Стремление преобразовать межчастичную поверхность сращивания в межзеренную границу обусловило целесообразность рассмотрения современного состояния теории границ зерен. Приводится связь между строением и способностью к миграции межзеренных поверхностей. Особенности миграционных механизмов связаны как с диффузионными процессами, так и с пластической деформацией, сопровождающейся с повышением плотности дислокаций и концентрацией вакансий. Легирование остается действенным инструментом повышения эксплуатационных свойств компактных и порошковых материалов. Автор приводит исследования, в которых раскрывается влияние легирующих

элементов на процессы, сопровождающие формирование порошковых сталей, например уплотняемость и усадку при спекании, на их структуру и свойства. В подразделе достаточно подробно описано влияние легирующих элементов и технологии формования на уровень механических свойств порошковых сталей. Термическая обработка остается действенным методом изменением структуры материала для повышения эксплуатационных свойств. При термической обработке порошковых материалов повышается роль защитной среды, предотвращающей окисление и обезуглероживание. Автор цитирует работы, устанавливающие наследственно мелкозернистую структуру порошковых материалов и влияние пористости на механизмы и кинетику фазовых превращений. Интерес представляет обзор влияния ультрадисперсных частиц на формирование межчастичного сращивания порошковых легированных сталей. Поведение ультрадисперсных частиц при осуществлении технологических операций консолидации порошкового материала изучено недостаточно полно, что объясняется широким спектром возможных сочетаний матричной фазы с природой и параметрами модифицирующих частиц.

На основании анализа использованных источников сформулированы выводы, отражающие современное состояние теории межчастичного сращивания, обоснованы цель и задачи исследования.

Во второй главе приведены характеристики используемых порошков. Автором выбраны железные и легированные порошки, производимые распылением и диффузионным легированием ведущей зарубежной фирмой «Хёганес» и отечественным предприятием ПАО «Северсталь». При этом выбор остановлен на наиболее широко используемых распыленных и диффузионно легированных порошках. Подробно описаны технологии приготовления спеченных и горячедеформированных образцов, Даны характеристики используемого оборудования. Достаточно полно приведено описание методик изучения структуры и свойств порошковых сталей.

В третьей главе исследовались закономерности формирования межчастичного сращивания при получении спеченных порошковых сталей. Автором исследовано развитие межчастичного сращивания при спекании исходных порошков, а также исходных порошков с добавлением графита и ультрадисперсных частиц оксида никеля и нитрида кремния. Параллельно с развитием контактной поверхности происходит образование внутрикристаллитного сращивания, анализ этого процесса показал действие нескольких механизмов его формирования. К этим относится залечивание микронесплошностей в условиях неподвижной и мигрирующей межчастичной поверхности сращивания. Выявленный автором процесс самопроизвольного захлопывания микронесплошностей, достигших критического размера под действием сил поверхностного натяжения, и наблюдаемое при определенных степени уплотнения, температуры и продолжительности спекания, представляет научную новизну диссертационного исследования. Автором определен классификационный показатель качества спеченных порошковых сталей, выражающий долю

контактного сечения с внутрикристаллитным сращиванием. Показаны области технологических режимов спекания, обеспечивающие достижение указанного критерия для порошковых сталей, полученных на основе исходных порошков.

Четвертая глава посвящена исследованию межчастичного сращивания при формировании горячедеформированных порошковых сталей. Автор сохранил принцип изложения материала, использованный в третьей главе, что способствует выявлению аналогий и отличий процессов структурообразования в контактной области порошковых сталей. Несмотря на то обстоятельство, что спекание существенно улучшает качество межчастичного сращивания, горячая допрессовка позволяет сформировать внутрикристаллитное сращивание практически на всей контактной поверхности. Автором установлено условие достижения этого состояния, заключающее в сохранение предварительно сращенных поверхностей на стадии горячей допрессовки, что подтверждается экстремальным характером зависимости механических свойств порошковых сталей от значений исходной пористости. Рассмотрено влияние на качество межчастичного сращивания при введении в шихту графита и ультрадисперсных добавок.

В пятой главе исследовано влияние термической обработки на структуру и механические свойства порошковых сталей с ультрадисперсными добавками.

В работе изучалось влияние содержания углерода и добавок упрочняющих компонентов на критические температуры фазовых превращений в порошковых сталях, а также установлена зависимость размера аустенитных зерен от пористости материала, причем введение нитрида кремния способствует формированию мелкозернистой структуры во всем исследованном диапазоне пористости. Автор исследует закономерности протекания фазовых превращений в порошковых спеченных сталях, содержащих ультрадисперсные частицы, при их охлаждении. Было установлено, что на температурные интервалы фазовых превращений аустенита оказывают противоположное влияние скорость охлаждения и пористость материала, а также добавки частиц NiO и Si₃N₄ по-разному влияют на положение критических точек фазовых превращений.

В работе исследовались закономерности протекания мартенситного превращения при закалке спеченных сталей, содержащих ультрадисперсные частицы. Было установлено, что наличие пористости в спеченных сталях способствует ускорению процесса мартенситного превращения за счет облегченного зарождения мартенсита на поверхности пор и меньшего сопротивления пористого аустенита деформациям превращения, что приводит к повышению температуры начала мартенситного превращения с ростом пористости. При этом введение ультрадисперсных частиц существенным образом не оказывает влияния на температуру начала мартенситного превращения.

Автор исследовал процессы отпуска спеченных порошковых сталей, содержащих ультрадисперсные частицы. Было установлено следующее: Пористость и введение ультрадисперсных частиц нитрида кремния

способствуют снижению температурных интервалов превращений при отпуске. Добавление ультрадисперсных частиц оксида никеля действует противоположным образом, повышая температурные интервалы превращений. Увеличение времени выдержки при 100°C усиливает степень распада мартенсита. В сталях с более высоким содержанием углерода (0,8% и 1,2%) двухфазный распад мартенсита завершается быстрее. В работе показано, что введение ультрадисперсных частиц нитрида кремния повышает микротвердость мартенсита в спеченных сталях. Кроме того, было выявлено, что предел прочности спеченных сталей с ультрадисперсными частицами проходит через максимум при повышении температуры отпуска, а ударная вязкость изменяется близко к линейной зависимости. При этом пористость отрицательно влияет на механические свойства.

В продолжении пятой главы автор показывает, что термическая обработка позволяет эффективно управлять механическими свойствами горячедеформированных порошковых сталей, содержащих ультрадисперсные частицы, при условии обеспечения их внутрикристаллитного сращивания. Показано, что для горячедеформированных порошковых сталей, полученных при 1150°C, повышение температуры отжига до 800-900°C обеспечивает максимальные значения прочности, пластичности и ударной вязкости за счет устранения строчечности и релаксации внутренних напряжений.

Для горячедеформированных сталей, полученных при более низкой температуре 950°C и имеющих незавершенное межчастичное сращивание, повышение температуры отжига приводит к улучшению механических свойств, но не устраняет различия в свойствах. Это указывает на определяющую роль пластической деформации в формировании межчастичного сращивания. Также установлено, что модифицирование сталей нитридом кремния повышает их твердость после закалки и обеспечивает максимальные значения прочности и пластичности при определенных температурах отпуска.

Шестая глава посвящена практическому использованию результатов исследования. На основе выявленных закономерностей формирования межчастичного сращивания при получении порошковых сталей с ультрадисперсными добавками разработаны технологии изготовления трех деталей конструкционного назначения. Технологические процессы описаны достаточно подробно с предложением конструкций штамповой оснастки, что облегчает промышленную реализацию в заводских условиях.

В заключении диссертации сформулированы основные результаты проведенных исследований и выводы, достоверность которых подтверждается фактическими данными, представленными в самой диссертации.

В приложении к диссертации содержатся документы, подтверждающие практическую реализацию полученных результатов: технологические инструкции на изготовление деталей, акты промышленных испытаний, результаты интеллектуальной деятельности, акт о внедрении результатов диссертационной работы в образовательный процесс.

Научная новизна диссертационной работы

Научная новизна работы достаточно полно и точно отражена в основных положениях, приводимых в диссертационной работе:

1. Установлены закономерности межчастичного сращивания при формировании спеченных и горячедеформированных порошковых сталей, заключающиеся в трансформации контактной поверхности в высокоугловую границу по механизмам поверхностной диффузии при спекании и миграции межзеренной поверхности сращивания при горячей допрессовке.

2. Условием внутрикристаллитного сращивания является миграция межчастичной поверхности с отрывом от включений неметаллической фазы и микропор с установлением равновесной концентрации примесных и легирующих элементов. Движущая сила миграции зависит от уровня термомеханического воздействия на уплотняемый порошковый материал и составляет на стадии спекания $(0,1-1,3) \cdot 10^3$ Дж/м², а при горячей допрессовке $(4,2-12,6) \cdot 10^3$ Дж/м². При этом интервал значений сил сегрегационного торможения миграции границы при температуре допрессовки 950–1150°C для легированных порошков составляет 1,85–2,86 кДж/м², для чистого железа – 1,20–1,75 кДж/м². Введение ультрадисперсных частиц позволяет управлять процессом структурообразования на стадии развития контактной поверхности путем изменения соотношения движущей силы миграции межчастичной поверхности к силе её торможения.

3. Критерием формирования спеченных сталей является доля контактной поверхности с внутрикристаллитным сращиванием. При значении критерия более 85% проявляется локализованная деформация при растягивающих напряжениях, и наблюдаются участки вязкого разрушения. Для горячедеформированных сталей максимальные значения механических свойств достигаются при развитии внутрикристаллитного сращивания на всей контактной поверхности.

4. Легирование порошковых сталей ультрадисперсными частицами нитрида кремния Si₃N₄ и оксида никеля NiO по-разному влияет на уплотняемость: твердые частицы Si₃N₄ ухудшают уплотняемость, поскольку внедряются в железо и препятствуют пластической деформации, а NiO её улучшает в результате заполнения микропор. Максимальный эффект упрочнения горячедеформированных сталей достигается при совместном легировании карандашным графитом ГК-1, ультрадисперсными частицами NiO и Si₃N₄ в количестве 0,5–0,8 %, 2% и 0,1%, соответственно.

5. Использование в качестве легирующих добавок ультрадисперсных NiO и Si₃N₄ позволяет сформировать горячедеформированные стали с внутрикристаллитным сращиванием на всей контактной поверхности без дополнительной пластической деформации, что обусловлено релаксационными процессами и фазовой перекристаллизацией на стадии последеформационного охлаждения. Показано, что в зоне межчастичного контакта образуется металлическая составляющая с повышенной степенью

деформации, которая активизирует протекание динамических релаксационных процессов, способствуя росту механических свойств не менее чем на 10%.

Практическая значимость выполненных исследований подтверждена следующими актами и протоколами испытаний горячедеформированных порошковых деталей, изготовленных на предприятиях г. Ростова-на-Дону. Автором разработаны следующие технологические инструкции: технологическая инструкция на процесс получения изделия «Кольцо упорное» из стали Н4Д2М+0,5%С+2%NiO; технологическая инструкция на процесс изготовления «Втулки» средней опоры шнека подборщика кормоуборочного методом динамического горячего прессования стали ПЖРВ 2.200.26+0,8%С+2%NiO; технологическая инструкция на процесс изготовления «Синхронизатор С.22» первичного вала коробки передач» методом динамического горячего прессования из стали Н4Д2М+0,5%С+2%NiO. По результатам диссертационной работы зарегистрированы ноу-хау и электронные свидетельства о государственной регистрации программы для ЭВМ. Результаты диссертации внедрены в образовательный процесс ДГТУ.

Степень обоснованности и достоверности полученных результатов

Научные результаты, выводы и рекомендации основаны на теоретических положениях различных разделов порошкового материаловедения, физики твердого тела и технологии порошковой металлургии, а также на применении апробированных методов исследования структуры и свойств материалов. Достоверность и обоснованность результатов работы подтверждается применением широкого перечня современного оборудования, большим объемом экспериментальных данных, их корректной обработкой и анализом, сопоставлением результатов с данными из литературных источников.

Основные научные результаты, изложенные в диссертации, опубликованы в 50 работах, в том числе в 1 патенте, 2 электронных свидетельствах на программы для ЭВМ, 3 электронных свидетельствах о регистрации баз данных, 20 публикациях в изданиях, рекомендованных ВАК РФ из них 9 публикаций в рецензируемых изданиях, индексируемых в международной базе цитирования Scopus, 4 публикациях в рецензируемых изданиях, индексируемых в международных базах цитирования Scopus, 18 статьях в сборниках научных конференций и в 2 монографиях.

Основные положения диссертационной работы обсуждались на 18 международных и всероссийских научных конференциях.

Соответствие работы критериям, предъявляемым к диссертациям

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.

Автореферат диссертации полностью отражает её содержание. Материалы диссертации опубликованы в достаточной степени и апробированы на научно-технических конференциях. Самостоятельный вклад автора в работу весом и очевиден.

По работе имеются следующие замечания:

1. В литературном обзоре автор приводит описание фаз, структур и свойств порошковых материалов в металлических системах на основе железа, в том числе композицию железо – хром. Однако в исследовании не используются исходные порошки, содержащие в качестве легирующего элемента хром.

2. Во второй главе диссертации нет описания статистических методов обработки экспериментальных данных и оценки их точности.

3. В работе приведены зависимости объемной усадки прессовок от условий спекания, представляющие определенный практический интерес. Однако автором не показана связь уплотнения порошкового тела при усадке с развитием межкристаллитного сращивания.

4. В работе использованы различные методики оценки качества межчастичного сращивания. Если для спеченных порошковых сталей уровень внутрикристаллитного сращивания определялся по результатам механических испытаний, то качество межчастичного сращивания горячедеформированных порошковых сталей оценивалось по значению модуля упругости. В работе недостаточно обосновано использование различных критериев для анализа формирования межчастичного сращивания для порошковых сталей, отличающихся технологией их получения.

5. В шестой главе приводится практическая реализация результатов исследования при промышленном изготовлении ряда деталей конструкционного назначения из горячедеформированных сталей с использованием только одной ультрадисперсной добавки оптимальной концентрации. (оксида никеля). Следовало было рассмотреть использование другой исследуемой добавки.

Заключение

Сделанные замечания не влияют на общую положительную итоговую оценку диссертационной работы Егорова М.С., которая выполнена на высоком научном уровне. Цели и задачи достигнуты, научная и практическая значимость не вызывает сомнений. Положения, выносимые на защиту, экспериментально доказаны.

Диссертационная работа по теме: «Научно-технологические принципы межчастичного сращивания спечённых и горячедеформированных порошковых сталей, модифицированных ультрадисперсными частицами» соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСИС», а её автор, Егоров Максим Сергеевич, заслуживает присуждения

ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.5 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Отзыв составлен и принят на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций Егорова М.С., обсуждения его доклада на заседании НТС НПЦПМ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» 04 сентября 2024 года протокол № 5.

Председатель НТС НПЦПМ



Скачков Олег Александрович

Секретарь НТС НПЦПМ



Березина Татьяна Александровна

Данные о ведущей организации:

Государственный научный центр Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина») 105005, Москва, ул. Радио 23/9, стр. 2,

тел.: +7 (495) 777-93-01, эл. почта: chermet@chermet.net