

**ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОГПОНЕНТА**  
Самохина Андрея Владимировича  
на диссертационную работу Ланцева Евгения Андреевича  
«Электроимпульсное плазменное спекание мелкозернистых керамик  
и твердых сплавов на основе карбида вольфрама»,  
представленную на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук  
по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния

**Актуальность темы диссертационной работы**

Экспериментальное исследование процессов спекания мелкозернистых инструментальных керамик и твердых сплавов на основе карбида вольфрама является важной задачей, формирующей теоретические и технологические подходы к развитию передовых индустриальных решений для изготовления металлорежущего инструмента, пар трения, износостойких деталей с высокими механическими свойствами. У этой задачи очевидное прикладное значение.

Одним из эффективных способов повышения механических свойств керамик и твердых сплавов на основе карбида вольфрама является формирование в них однородной ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры. Для решения данной задачи наиболее логичным и рациональным подходом является использование нанопорошков в качестве исходного материала, а также применение современных технологий порошковой металлургии, позволяющих сохранить предельно малый размер зерна и обеспечить высокую плотность получаемого материала. В качестве основного порошкового материала, в проведенной работе автор использовал нанопорошок монокарбида вольфрама, получаемый перспективным для промышленного применения методом при сочетании плазмохимического и термохимического печеного синтеза. В качестве метода консолидации нанопорошков на основе карбида вольфрама использована интенсивно развивающаяся технология электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС), которая является разновидностью метода высокоскоростного горячего прессования.

В диссертационной работе Е.А. Ланцева детально исследуются процессы спекания трех материалов: УМЗ керамики монокарбида вольфрама, УМЗ сверхнизкобалльтовых (0,3-1,0 %масс.) твердых сплавов и УМЗ дисперсно-упрочненных керамик на основе карбида вольфрама (при использовании 1-5%масс. порошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, SiC). В качестве отдельной задачи исследовано влияние добавок графита на свойства получаемых керамик и твердых сплавов на основе WC.

Выполненные экспериментальные исследования позволили получить зависимости, отражающие влияние дисперсного, фазового и химического состава спекаемых порошков, а также параметров спекания на кинетику уплотнения, плотность, микроструктуру, фазовый состав и физико-

механические свойства спеченных керамик и твердых сплавов на основе карбида вольфрама. Большой объем полученных экспериментальных данных, расчетов и результатов анализов позволил детально изучить и обосновать механизмы высокоскоростного электроимпульсного спекания УМЗ керамик и твердых сплавов на основе карбида вольфрама.

В целом, тема диссертационной работы, использованные научно-технологические подходы и совокупность полученных научных и практических результатов имеет все основания рассматриваться как значимый научный задел и серьезный шаг в сторону создания промышленной технологии производства высокоэффективного режущего инструмента.

### **Новизна научных положений, выводов и рекомендаций**

Научная новизна обусловлена в первую очередь обобщением результатов исследования механизмов высокоскоростного спекания порошков монокарбида вольфрама, сверхнизкокобальтовых ультрамелкозернистых твердых сплавов WC-Co и дисперсно-упрочненных керамик на основе карбида вольфрама с добавками Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> и SiC. Важно подчеркнуть, что большой объем экспериментальных исследований гармонично и обосновано сочетается с анализом кинетики высокоскоростного спекания в условиях одновременного протекания процессов объемной и зернограницевой диффузии, а также пластической деформации. Следует отметить особую тщательность автора в подходах к расчету и сопоставлению эффективной энергии активации ЭИПС исследуемых порошковых систем и энергии активации диффузионных процессов на различных стадиях процесса спекания, что позволило максимально объективно определить и обосновать границы каждой стадии спекания.

Важным и научно значимым результатом является экспериментальное подтверждение и развитие возможностей использования метода высокоскоростного электроимпульсного спекания для успешной консолидации нанопорошковых систем на основе монокарбида вольфрама. Полученные образцы керамики и твердых сплавов характеризуются однородной ультрамелкозернистой структурой с размером зерна 0,3 и 1-2 мкм соответственно, и имеют характеристики плотности, твердости и трещиностойкости на уровне лучших мировых результатов в своих категориях материалов.

К результатам, имеющим большую научную новизну можно отнести и результаты экспериментальных исследований влияния избыточного углерода на процессы спекания порошковых систем на основе монокарбида вольфрама. Убедительно продемонстрировано, что добавление графита к спекаемым порошкам приводит к торможению процессов аномального роста зерен,

препятствует образованию полукарбида вольфрама и  $\eta$ -фазы, компенсирует вредное влияние примесей кислорода, что в конечном счете снижает энергию активации ЭИПС и обеспечивает возможность получения твердых сплавов и керамики на основе WC с предельно низким размером зерна и высокой степенью однородности.

### **Практическая значимость**

Разработанные при выполнении исследований ультрамелкозернистые керамики и сверхнизкокобальтовые твердые сплавы на основе карбида вольфрама с подтвержденными высокими механическими свойствами могут быть использованы для изготовления широкого ассортимента металлорежущих инструментов различного назначения. Большой объем накопленных практических знаний при выполнении экспериментальных работ и отработке методик управления свойствами получаемых материалов может рассматриваться как очередной этап развития метода ЭИПС для получения ультрамелкозернистых материалов с высокими механическими характеристиками.

Для применения полученных результатов в учебном процессе опубликовано учебно-методическое пособие «Электроимпульсное плазменное спекание. Практикум».

### **Обоснованность и достоверность результатов исследования**

Достоверность исследования подтверждается высокой степенью детализации и структурированностью используемых методик работы с порошковыми материалами и их спеканием, сопоставлением результатов экспериментов с расчетами, а также комплексным подходом к анализу и интерпретации свойств получаемых образцов, включая микроструктуру, механические характеристики, фазовый и химический состав.

### **Апробация результатов научных исследований и публикации.**

Основные материалы диссертации опубликованы в 11 статьях, в том числе 3 статьи в журналах категорий Q1-Q2. Все статьи входят в перечень рецензируемых научных изданий, индексируемых базами данных RSCI, Scopus, Web of Science и соответствуют критериям требований ВАК к публикациям соискателей ученой степени кандидата наук. Все опубликованные работы полностью соответствуют тематике диссертации.

Результаты работы были представлены на 16 всероссийских и международных научных конференциях.

При подготовке диссертации соискатель принимал участие в выполнении грантов РФФИ и РНФ. Выполнение НИР по теме диссертации поддерживалось

Стипендиями Президента России для молодых ученых и аспирантов в период 2019-2024 годов.

## **Структура и содержание работы**

В Главе 1 описано современное состояние исследований по тематике диссертации. В Главе 2 описаны материалы и методики исследований. В Главе 3 представлены результаты исследований механизмов спекания порошков монокарбида вольфрама, в Главе 4 - спекания сверхнизкокобальтовых твердых сплавов WC-Co, в Главе 5 - спекания дисперсно-упрочненных керамик на основе карбида вольфрама. В конце диссертации приведены Выводы и Список литературы. В Приложении А описаны результаты исследований ползучести УМЗ керамик на основе карбида вольфрама.

Диссертация изложена на 247 страницах, содержит 89 рисунков, 12 таблиц и список цитируемой литературы из 247 наименований.

## **Замечания, вопросы и дискуссионные положения диссертации.**

1. В автореферате, а также в ряде мест текста диссертации присутствуют терминологические неточности в формулировке названия метода получения нанопорошка монокарбида вольфрама, мешающие правильному пониманию способа его получения. Порошок получен по двухстадийной технологии, включающей плазмохимический синтез нанопорошка системы компонентов: C, W, W<sub>2</sub>C, WC<sub>(1-x)</sub>,WC на первой стадии, и низкотемпературный печеный синтез нанопорошка WC в среде водорода на второй стадии. Обозначение первой стадии как «плазмохимический синтез нанопорошка WC», а второй стадии как «восстановительный отжиг» некорректно. Правильное описание способа получения порошка WC приводится только в п. 1.4.1 диссертации (стр.68).
2. Вызывает вопросы логичность решения о смешении в планетарной мельнице графита с нанопорошком WC (п.3.2.3 диссертации) и с нанопорошком WC-Co (п.4.2.2 диссертации) при экспериментальном исследовании влияния избыточного углерода на процессы спекания. Более простым методом, обеспечивающим несравненно более высокое качество распределения избыточного углерода в нанопорошках WC и WC-Co было бы увеличение содержание углерода в нанопорошковой системе на стадии плазмохимического синтеза при соконденсации всех компонентов системы W-C из газовой фазы.
3. Не связано ли образование аномально крупных зерен WC в процессе спекания в проведенных экспериментах не с избытком углерода, а с неравномерностью распределения графита в нанопорошках WC и WC-Co?
4. В п.4.2.1 диссертации (рис. 4.1 и 4.2 - СЭМ и ПЭМ нанопорошков) при исследовании спекания твердых сплавов WC-Co не достаточно убедительно продемонстрировано достижение равномерного распределения Со в объеме нанопорошка WC и тем более по поверхности наночастиц WC. Было бы полезно

привести результаты распределения кобальта (например, методом энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС).

5. Информация на рис.4.5, 4.14 и 4.15 (Микроструктура твердых сплавов WC-Co), а также на рис. 5.4, 5.7, 5.8, 5.11 (Микроструктура керамик WC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, WC-ZrO<sub>2</sub>) могла бы быть более информативной, если бы сопровождалась хотя бы выборочной количественной или качественной информацией о распределении кобальта, оксида алюминия и оксида циркония (метод ЭДС).

6. Изображения нанопорошка WC на рис.3.10 диссертации мало информативны и слабо характеризуют его дисперсность и морфологию. Следовало бы использовать большее увеличение для оценки формы и размера частиц или сослаться на уже представленные в диссертации изображения аналогичного нанопорошка.

7. Чем можно объяснить то, что достигнутые механические свойства дисперсно-упрочненной керамики WC+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $H_v \sim 26$  ГПа,  $K_{IC} \sim 5$  МПа·м<sup>1/2</sup>) и WC-ZrO<sub>2</sub> ( $H_v \sim 28$  ГПа,  $K_{IC} \sim 4.8$  МПа·м<sup>1/2</sup>) не превышают аналогичные характеристики керамики из чистого карбида вольфрама ( $H_v = 29$  ГПа,  $K_{IC} = 5.3$  МПа·м<sup>1/2</sup>)?

8. К сожалению, в диссертации не приведены результаты микроскопии порошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, SiC, используемых для дисперсного упрочнения WC. Информация о форме, морфологии и распределении частиц по размерам могла бы быть полезной для сопоставления результатов упрочнения WC с аналогичными работами, выполненными другими исследователями.

9. Использование порошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, со средним размером частиц 0,2 мкм для дисперсного упрочнения керамики монокарбива вольфрама со средним размером зерна 0,3 мкм выглядит не однозначно. Рассматривалась ли автором возможность дисперсного упрочнения WC керамики при использовании, например, плазмохимических нанопорошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и ZrO<sub>2</sub>, состоящих из индивидуальных частиц сферической формы со средним размером 50-70 нм?

Представленные замечания не являются критическими и не снижают важности и достоверности полученных в диссертации результатов.

## **Общие выводы и заключение о соответствии диссертационной работы установленным требованиям**

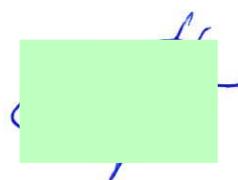
Диссертационная работа написана в очень хорошем научном стиле. Достаточно подробно и методично описаны все важные детали исследовательского процесса, влияющие на полученные результаты. Все промежуточные и окончательные выводы подробно обсуждаются и аргументируются. Вся работа хорошо структурирована и логично построена.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Таким образом, диссертация Е.А. Ланцева, по научному уровню и объему проведенных исследований, научной новизне и практической значимости является законченной научно-квалификационной работой, имеющей существенное значение для развития передовых технологий создания высокоэффективного режущего инструмента, соответствует требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, изложенным в п.9 «Положения о присуждении ученых степеней» (утверждено постановлением Правительства РФ №842 от 24 сентября 2013 г.). Автор диссертационной работы Е.А.Ланцев заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент:

Заведующий лабораторией  
«Плазменные процессы в металлургии  
и обработке материалов», ИМЕТ РАН,  
кандидат технических наук



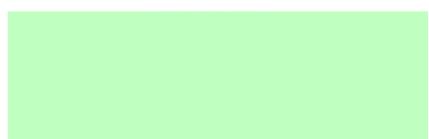
А.В. Самохин

Сведения об официальном оппоненте:

Самохин Андрей Владимирович, кандидат технических наук, специальность 05.17.08 «Процессы и аппараты химических технологий»

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт  
металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук,  
ведущий научный сотрудник, заведующий лабораторией «Плазменные  
процессы в металлургии и обработке материалов»

119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49, +7 (499) 135-43-64,  
[asamokhin@imet.ac.ru](mailto:asamokhin@imet.ac.ru)



Подпись А.В.Самохина заверяю:

Ученый секретарь ИМЕТ РАН



«29» января 2024 г.

