

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
им. А.А. Байкова
Российской академии наук
(ИМЕТ РАН)

119334, Москва, Ленинский пр., 49
Тел. (499) 135-20-60, факс: 135-86-80

E-mail: imet@imet.ac.ru <http://www.imet.ac.ru>

ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702

ИНН/КПП 7736045483/773601001

10.02.2022 г. № 12202-2115-60

На № _____

Г _____

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ИМЕТ РАН
член-корр. РАН
В.С. Комлев

2022 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) на диссертационную работу **Сдвиженского Павла Александровича** на тему: «Разработка метода непрерывного контроля химического состава композиционных покрытий в процессе коаксиальной лазерной наплавки», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук, специальность 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Диссертационная работа П.А. Сдвиженского: «Разработка метода непрерывного контроля химического состава композиционных покрытий в процессе коаксиальной лазерной наплавки» посвящена созданию подходов на основе метода спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы для контроля процесса лазерной наплавки композиционных износостойких покрытий на основе никелевого сплава, армированного частицами карбида вольфрама.

Актуальность темы

Аддитивные технологии широко востребованы в науке и технике, так как

позволяют создавать детали с уникальными характеристиками, которые сложно или невозможно изготовить, используя традиционные методы. Однако, на текущий момент качество синтезируемых изделий (деталей, покрытий) необходимо постоянно проверять, так как вследствие большого числа параметров процесса, влияющих на конечный результат. Создание методов, которые позволяют в режиме реального времени контролировать ход изготовления детали или покрытия аддитивными технологиями, является важной задачей. В своей диссертационной работе П.А. Сдвиженский применил спектрометрию лазерно-индуцированной плазмы для проведения химического анализа в процессе коаксиальной лазерной наплавки композиционных износостойких покрытий. Данный метод позволяет проводить измерения дистанционно, что актуально в условиях производства, сопровождающегося высокими температурами вблизи рабочей зоны. Таким образом, актуальность диссертации П.А. Сдвиженского заключается в разработке зонда, реализующего метод спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы, и методик определения химического состава износостойких покрытий в процессе лазерной наплавки в режиме реального времени.

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

Структура и основное содержание диссертационной работы

Структурно диссертация состоит из введения, шести глав, выводов, списка использованных источников и четырех приложений. Диссертация изложена на 141 странице, содержит 5 таблиц, 67 рисунков. Список использованной литературы содержит 137 источников.

Во **введении** дана общая характеристика работы, сформулирована цель и основные задачи, представлены актуальность, научная и практическая значимость результатов исследования и положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** автором диссертационной работы выполнен литературный обзор, в котором описаны преимущества и недостатки различных технологий аддитивного производства. Более подробно описана технология коаксиальной лазерной наплавки, являющейся одной из разновидностей метода прямого лазерного выращивания (Direct

Metal Deposition, DMD). Автором в обзоре разобраны существующие методы контроля процесса получения детали аддитивными технологиями: скоростная видеосъемка геометрии ванны расплава, пирометрия, оптические и ультразвуковые датчики. В главе приведены сведения о методах химического анализа, используемых для контроля изделий, полученных аддитивными технологиями. Сделан вывод о перспективе применения спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы для непрерывного контроля химического состава получаемого лазерной наплавкой композиционного износостойкого покрытия. Подробно описан данный метод анализа и рассмотрены примеры его применения.

Во **второй главе** описаны используемые в работе исходные порошковые материалы, представлены схемы и описания экспериментальных установок, использованных в работе. Представлено подробное описание созданного автором компактного зонда спектрометрии-лазерно-индуцированной плазмы, который был установлен на роботизированный комплекс коаксиальной лазерной наплавки. Для анализа готового покрытия на основе импульсного лазера разработана экспериментальная установка, которая также реализует метод спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы. Проверку полученных результатов П.А. Сдвиженский осуществлял методами рентгеноспектрального анализа, фракционного газового анализа. В качестве вспомогательного оборудования автор применял сканирующий и оптический микроскопы, пирометры, рентгеновский компьютерный томограф, интерферометр белого света, камеру видимого диапазона.

В **третьей главе** соискатель приводит результаты исследования влияния параметров установки коаксиальной лазерной наплавки (мощность лазера, состав и плотность потока подаваемой порошковой смеси) на распределение частиц карбида вольфрама в готовом покрытии. Получены образцы одиночных валиков износостойкого покрытия, которые были исследованы на электронном микроскопе. Проведены испытания на сухой абразивный износ по стандарту ASTM G65 для образцов покрытия. Выбраны основные параметры для последующих экспериментов синтеза покрытия с изменяемым составом и химическим анализом в режиме реального времени методом спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы.

В **четвертой главе** представлены результаты экспериментальных исследований, в

которых зонд спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы был применен для измерений химического состава и стабильности потока газопорошковой смеси на выходе из коаксиального сопла в процессе наплавки. Для этого зонд был расположен на установке лазерной наплавки таким образом, чтобы индуцировать лазерную плазму на отдельных летящих частицах порошковой смеси. По спектру этой лазерной плазмы автор определял химический состав готового покрытия. Исследовано влияние траектории движения частицы относительно пучка лазера на воспроизводимость результатов измерений. Произведена калибровка зонда для химического анализа и продемонстрировано хорошее совпадение с данными традиционных методов элементного анализа. Показано, что спектрометрия лазерно-индуцированной плазмы позволяет не только контролировать состав подаваемой порошковой смеси (она определяет состав готового изделия) в режиме реального времени, но и следить в процессе наплавки за стабильностью подачи порошковой шихты в рабочую зону.

В пятой главе представлены результаты экспериментальных исследований возможностей разработанного зонда спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы для *in situ* измерений химического состава в области ванны расплава при получении композиционного износостойкого покрытия. П.А. Сдвиженский провел исследование влияния условий измерений (высокая температура и наличие приповерхностной плазмы низкой плотности от волоконного лазера) на точность химического анализа. Показано, что соотношение сигнал-шум в спектрах лазерной плазмы снижается, что негативно сказывается на точности определения компонентов в расплаве. Автор откалибровал зонд для количественного определения вольфрама, никеля, углерода при наплавке износостойкого покрытия с варьируемым содержанием частиц карбида вольфрама. Результаты были проверены методами рентгеноспектрального анализа и фракционного газового анализа. В ООО «Лероу» проведена апробация разработанного зонда при наплавке износостойких покрытий с различным содержанием карбида вольфрама в матричном сплаве NiCrBSi. Методика определения вольфрама и сам зонд были рекомендованы к практическому применению для непрерывного химического анализа при изготовлении такого рода покрытий. В главе автором продемонстрированы возможности зонда для обнаружения перебоев подачи порошковой смеси в зону наплавки в режиме реального времени.

В **шестой главе** автор описывает эксперименты по измерениям распределения элементов в готовом композиционном покрытии на лабораторной экспериментальной установке спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы. В диссертационной работе П.А. Сдвиженский сравнивает карты элементов в шлифе одиночного валика, построенные с помощью электронного микроскопа с блоком для рентгеноспектрального микроанализа и с помощью метода спектрометрии лазерно индуцированной плазмы. Показано, что спектрометрия лазерно индуцированной плазмы позволяет визуализировать углерод и кремний в покрытии, чего не удалось достичь рентгеноспектральным методом анализа вследствие низкой чувствительности метода к легким элементам. Также в главе предложен способ для экспрессного изучения распределения элементного состава по глубине образца. Предложенный соискателем режим работы лазера позволяет оценивать распределение частиц карбида вольфрама в готовом покрытии на глубину до 1,5 мм в течение нескольких секунд без пробоподготовки.

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

Диссертация П.А. Сдвиженского представляет собой последовательное и целостное исследование, изложенное хорошим научным языком. Достоинством диссертации является проведение широкого круга экспериментов по разработке методов мониторинга и контроля процесса коаксиальной лазерной наплавки композиционного износостойкого покрытия.

Полученные в работе результаты имеют важную **научную и практическую значимость**. Автором был предложен подход непрерывного анализа химического состава в ванне расплава в процессе наплавки, разработаны способы контроля стабильности подачи порошковой шихты и оценки распределения карбида вольфрама в готовом изделии. Для этого П.А. Сдвиженским разработаны и созданы зонд и лабораторная установка, которые реализуют метод спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы

Все результаты, представленные автором, являются новыми. Достоверность результатов обеспечена публикацией основных результатов в высокорейтинговых рецензируемых изданиях, входящих в перечень ВАК и апробацией на международных

конференциях. **Научная новизна** заключается в установлении эффектов влияния температуры и приповерхностной плазмы на снижение точности определения химического состава при лазерном пробоотборе в ванне расплава. Экспериментальные данные, полученные в работе, не только не противоречат данным, полученным другими исследователями, но также демонстрируют преимущество применяемых автором подходов в решении поставленных задач. Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, теоретически обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность и обоснованность результатов работы подкрепляются большим объемом экспериментальных данных, их обработкой, применением широкого спектра современного оборудования и тщательным анализом полученных результатов.

Основные вопросы и замечания по диссертации:

1. Из текста работы не ясно, производил ли автор контроль исходных порошков.
2. В главе с непрерывным измерением газо-порошковой струи диаметр лазерного луча сопоставим с размером частиц (400 и 120 мкм соответственно), поэтому возникает вопрос как влияет гранулометрический состав порошка на полученные результаты?
3. При разработке способа экспресс оценки распределения карбида вольфрама по глубине износостойкого покрытия автор изучал зависимость глубины «сверления» от номера импульса лазера на примере пластины никелевого сплава без частиц карбида вольфрама (Рисунок 66). Можно ли использовать данную зависимость при измерении состава по глубине покрытия в случае износостойких композиционных покрытий или потребуются дополнительные исследования?
4. Как контролировали достоверность результатов элементного состава по глубине образца?
5. В каком спектральном диапазоне регистрировали излучение?
6. Как учитывались влияния условий ванны расплава (высокая температура, приповерхностная плазма) на результаты анализа?
7. Для калибровки зонда спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы были наплавлены отдельные валики с различным химическим составом. Как

контролировали химический состав этих валиков?

8. Для проверки результатов химического элементного анализа, полученных с применением зонда спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы во время получения износостойких покрытий, использовали переносной рентгенофлуоресцентный спектрометр Niton XL2 (Thermo Scientific). А где брали Стандартные Образцы для РФА?

Указанные замечания не снижают общую высокую оценку работы. Диссертационная работа П.А. Сдвиженского содержит уникальные результаты, подтверждающие возможность получения информации о химическом составе в каждой точке выращиваемого изделия, поэтому, в качестве пожелания, хочется выразить надежду на дальнейшее развитие метода спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы для решения актуальных технологических задач.

Результаты работы П.А. Сдвиженского прошли широкую апробацию и опубликованы в 14 статьях в рецензируемых изданиях, входящих в списки ВАК, Web of Science и Scopus. Также результаты работы неоднократно докладывались на семинарах и международных конференциях.

Заключение

Диссертация Сдвиженского Павла Александровича является законченным циклом научных работ, выполненных на высоком уровне. Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертации и достоверно отражает основные результаты работы.

Диссертационная работа «Разработка метода непрерывного контроля химического состава композиционных покрытий в процессе коаксиальной лазерной наплавки» удовлетворяет требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук. Автор диссертации, Сдвиженский Павел Александрович, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 -

«Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Работа рассмотрена и обсуждена на совместном семинаре Лаборатории диагностики материалов №17, Аналитической лаборатории №6 и Лаборатории физикохимии и технологии покрытий №25 ИМЕТ РАН (Протокол № 1 от 1 февраля 2022г.).

Отзыв составлен и принят на основании выступления Сдвиженского П.А. на семинаре, обсуждения его диссертационной работы, автореферата и публикаций.

Зав. лабораторией физикохимии и технологии
покрытий ИМЕТ РАН, доктор технических наук



Калита В. И.

Главный научный сотрудник ИМЕТ РАН,
доктор технических наук



Казенас Е. К.

Ведущий научный сотрудник ИМЕТ РАН,
кандидат химических наук



Волченкова В. А.

Подписи В.И. Калиты, Е.К. Казенаса, В.А. Волченковой удостоверяю

Ученый секретарь ИМЕТ РАН

к.т.н.



Фомина О.Н.