

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Санина Виталия Владимировича
«ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ ПОЛУЧЕНИЯ ГЕТЕРОФАЗНЫХ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ, ВКЛЮЧАЮЩИЕ
САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ
И ВАКУУМНО-ИНДУКЦИОННЫЙ ПЕРЕПЛАВ»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.16.09. – Материаловедение (металлургия)

Актуальность темы диссертационной работы

Создание новых металлических материалов вызвано необходимостью дальнейшего улучшения физико-механических и эксплуатационных свойств деталей для повышения эффективности работы таких сложных изделий современной техники как энергетические установки турбинного типа, ядерные установки, изделия ракетно-космического комплекса и др. При этом новые материалы должны обеспечить не только высокие технические параметры работы изделий, но одновременно и конкурентоспособность их производства, существенно уменьшив материалоемкость изделий, снизив затраты на оборудование и энергозатраты, экологическую нагрузку на окружающую среду. Metallургические электровакуумные технологии позволили достигнуть высокого уровня свойств получаемых металлических материалов, удовлетворяющих требованиям современной техники, однако производство на их основе характеризуется высокой сложностью и дороговизной оборудования, а также большим энергопотреблением. В связи с этим, большой интерес представляет использование достижений технологий самораспространяющегося высокотемпературного синтеза литых материалов (СВС-металлургии), плодотворно разрабатываемых под руководством профессора В.И. Юхвида, для получения высокотемпературных материалов. Процесс СВС позволяет упростить технологию получения литых материалов за счет использования более простого оборудования, снижения затрат на электроэнергию и уменьшения количества стадий получения конечного материала. Очень высокие температуры горения, развиваемые в процессе СВС, приводят к новым, часто уникальным свойствам синтезируемых материалов, что может внести весомый вклад в создание новых поколений материалов, отличающихся существенно более высокой рабочей температурой. Но, с другой стороны, процесс СВС происходит обычно с большим газовыделением, что может приводить к газонасыщению и даже пористости материалов. С этой точки зрения, применение электровакуумных технологий для переработки СВС-

материалов может существенно улучшить металлургическое качество этих материалов.

В связи с вышесказанным, актуальность диссертационной работы Санина В.В., посвященной разработке интегральной технологии центробежной СВС-металлургии и одностадийного вакуумно-индукционного переплава (ВИП) с использованием достоинств каждой из этих технологий, не вызывает сомнения.

Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций

В первой главе диссертации приведено описание основных технологических схем производства высоколегированных сплавов и композиционных металлических материалов, включая как уже ставшие традиционными металлургические технологии (открытая плавка, вакуумно-индукционная плавка (ВИП), вакуумно-индукционная плавка в холодном тигле, вакуумно-дуговой переплав (ВДП), электроннолучевая технология плавки (ЭЛП), электрошлаковый переплав (ЭШП) и др.), так и новые интенсивно разрабатываемые аддитивные технологии (АТ). Изложены основные достоинства и недостатки каждого из способов, целесообразность их совмещения с ресурсосберегающими технологиями СВС-металлургии.

Во второй главе приведены применяемые методики исследования и исходные материалы. Представлена общая схема получения композиционных сплавов различного состава путем совмещения СВС и технологий ВИП. Дано описание технологии центробежной СВС-металлургии и установок для ее осуществления. Изложены методики теплофизического расчета скорости охлаждения и экспериментального исследования высокотемпературной вязкости металлических расплавов в твердом и жидко-твердом состоянии. Описаны методы вакуумно-индукционного переплава, механотермической обработки, плазменного центробежного распыления расходуемого электрода при получении порошков металлических материалов. Представлено оборудование для исследования структуры, элементного и фазового состава материалов, механических свойств, проведения неразрушающего контроля. Следует отметить хороший набор современных методов проведения исследований материалов в твердом и жидком состояниях.

Третья глава диссертации посвящена апробации новой технологической схемы получения литых материалов, включающей стадии синтеза сплава методами СВС-металлургии и ВИП, на модельном сплаве Cu-70/Fe-30 (% масс.). Впервые экспериментально установлено, что при

получении методом центробежной СВС-металлургии литого двухкомпонентного сплава $\text{Cu}_{70}\text{Fe}_{30}$ с ограниченной растворимостью формируется уникальная иерархическая микроструктура сплава с равномерным распределением структурных составляющих, каплевидных частиц железа (Fe) в медной (Cu) матрице (прямая «эмульсия»), при этом частицы железа (Fe) внутри объема также имеют выделения наноразмерных частиц на основе Cu (обратная «эмульсия»). Выявлены оптимальные температурно-временные параметры при ВИП, позволяющие сохранить (воспроизвести) структуру СВС-сплава. Показано, что на последующей стадии обработки материала методом волочения (при степени деформирования $\varepsilon = 92\%$) наблюдается явно выраженное структурное упорядочение дисперсных выделений Fe вдоль оси волочения образца, что повышает перспективность использования полученных материалов в качестве магнито жестких материалов.

Четвертая глава посвящена отработке новой технологической схемы получения высоколегированного жаропрочного сплава ХТН-61 на основе системы Co-NbC, включая стадию СВС и последующего ВИП. В начале 2000-х годов, в рамках совместных исследований ИСМАН и ФГУП ММП «Салют», сплав ХТН-61 (СВС-Ц) был впервые получен методами центробежной СВС-металлургии и был использован при производстве авиадвигателей в качестве износостойкого жаропрочного покрытия на бандажные полки лопаток газотурбинного двигателя. В развитие этой разработки в настоящей диссертации впервые проведены исследования влияния температурно-временных режимов одностадийного ВИП и анализ двухфазной области сплава ХТН-61-Ц (СВС-Ц), полученного методом СВС-металлургии. Получены политермы вязкости в режиме нагрева и охлаждения. Показано, что сплав отличается стабильностью структуры и фазового состава вплоть до температуры плавления. Экспериментально выявлены режимы ВИП СВС-заготовок сплава, позволяющие снизить концентрацию содержания газовых примесей (кислорода и азота) более чем в три раза. Используя инновационный метод вакуумного вытягивания непосредственно из ванны с расплавом при ВИП, впервые получены длинномерные изделия из сплава ХТН-61-Ц (СВС-Ц) в виде литых прутковых заготовок диаметром 30–80 мм и электродов малого диаметра (2–3 мм) для нанесения упрочняющих покрытий методами аргонодуговой или лазерной наплавки, электроискровым легированием и др.

Пятая глава посвящена отработке интегральной технологической схемы получения композиционных сферических микрогранул (на примере сплав $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}\text{Al}$ /сталь) для аддитивных технологий, включающей: (i) —

синтез литого интерметаллидного сплава CoPrNiAl (центробежная СВС-металлургия) (ii) — одностадийный рафинирующий вакуумно-индукционный переплав (ВИП) и последующая разливка высокотемпературного расплава CoPrNiAl в цилиндрическую стальную оболочку-кристаллизатор для получения слоевого электрода, (iii) — плазменное центробежное распыление (ПЦР) отлитого электрода CoPrNiAl /стальная оболочка. Ранее в рамках ФЦП, выполненной исследователями из НИТУ «МИСиС», ИСМАН и АО «Композит» при участии автора диссертации, были получены литые цилиндрические электроды при ВИП из СВС-слитков из разработанного и запатентованного сплава CoPrNiAl (сплав на основе NiAl). Однако наблюдалась сложность в получении сферических микрогранул целевой мелкофракционной (40–80 мкм) методами ПЦР. Основной причиной этого была невозможность увеличения количества оборотов свыше 15000 об/мин, так как повышение оборотов вызывало его разрушение. В развитие этих исследований был предложен новый подход к получению литых электродов для ПЦР. Новизна заключалась в том, что при ВИП СВС-сплава производилась разливка в специально подготовленный цилиндрический металлический кристаллизатор (трубу) с целью формирования пластичной внешней оболочки, механически сопряженной с литым электродом. На промышленной установке при высокоскоростном вращении электрода показано, что наличие стальной оболочки позволяет заметно повысить диапазон значений оборотов до разрушения электрода по сравнению с однослойным литым электродом. Выявлено, что на кромке электрода при вращении происходит смешивание составов и образование гранул композиционного состава. Найдены оптимальные режимы получения композиционных (CoPrNiAl / Сталь) микрогранул, имеющих сферическую форму частиц с коэффициентом неравномерности 0,99%. Микроструктурный анализ по сечению гранул показал, что структурные составляющие равномерно распределены по объему микрогранул. Низкие значения по газовым примесям (кислорода и азота) в полученных композиционных микрогранулах являются положительным фактором для их применения в гранульной металлургии и получения готовых изделий методами аддитивных технологий.

Степень обоснованности и достоверности каждого научного положения, выводов и заключения соискателя, содержащихся в диссертации

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, достаточно обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность полученных в работе результатов подтверждается большим объемом

экспериментов с применением современных методов получения литых сплавов как центробежной СВС-металлургии, так и вакуумно-индукционного переплава, исследования свойств их расплавов с использованием высокотемпературного измерительного комплекса вязкости, исследования структуры, состава и свойств конечных материалов с использованием сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновского спектрального микроанализа, металлографии, механических испытаний, значительным количеством экспериментальных данных и статистической обработкой полученных результатов, а также сопоставлением полученных результатов с существующими литературными данными. При проведении экспериментальных исследований использовались сертифицированные приборы.

Значимость для науки и производства полученных результатов

Несомненную научную и практическую ценность представляют следующие полученные в диссертационной работе результаты:

- закономерности синтеза и формирования микроструктуры двухкомпонентного сплава $\text{Cu}_{70}\text{Fe}_{30}$ с ограниченной растворимостью на стадиях СВС, после ВИП и после механотермической обработки (волочение);
- результаты исследований влияния температурно-временных режимов одностадийного ВИП и анализа двухфазной области для сплавов ХТН-61-Ц (СВС-Ц) и $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}\text{Al}$, полученных методом СВС-металлургии, позволяющие максимально близко воспроизводить мелкозернистую структуру СВС-сплава;
- результаты исследований по получению длинномерных электродов малого диаметра при ВИП сплава ХТН-61 СВС-Ц с использованием инновационного метода вакуумного вытягивания непосредственно из ванны с расплавом в кварцевую трубку;
- способ получения слоевых расходуемых электродов, включающий синтез (СВС) литого легированного сплава на основе NiAl ($\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}\text{Al}$), последующий рафинирующий переплав СВС-сплава и его разливку в металлический (стальной) трубчатый кристаллизатор;
- результаты экспериментальной апробации полученных слоевых расходных электродов для получения композиционных микрогранул (NiAl-Fe) на промышленной установке при распылении методами ПЦР;
- результаты оптимизации режимов ПЦР при распылении полученных слоевых расходных электродов, исследований гранулометрии и микроструктуры полученных сферических композиционных (Fe-NiAl) микрогранул.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертации

Выполнены все требования, предъявляемые к диссертации. Структура автореферата и диссертации содержит необходимые разделы, и они соответствуют друг другу. Диссертация Санина В.В. представляет собой законченное научное исследование, выполненное на высоком профессиональном уровне. Основные результаты соискателя опубликованы в рецензируемых журналах из перечня ВАК, баз данных РИНЦ, Web of Science и Scopus, доложены на всероссийских и международных научных конференциях. Зарегистрирован 1 патент РФ, 1 ноу-хау; подано 2 заявки на патент РФ, на одну из них получено положительное решение. Диссертация написана ясным языком, хорошо иллюстрирована.

Наряду с несомненными достоинствами, к работе можно высказать определенные замечания:

1. Не очень удачные выражения и утверждения в первой главе:
 - 1.3 Базовые технологии исследования металлических расплавов (лучше вместо слово «технологии» использовать слово «методы»).
 - с. 41 «быстрые методы затвердевания при твердофазном СВС» (на самом деле, при твердофазном СВС всегда все твердое, нет жидкости, которая бы быстро затвердевала).
 - с. 41 «ПМ (порошковая металлургия) является наиболее экономичным методом изготовления многих изделий сложной формы.» (На самом деле, один из основных недостатков традиционной порошковой металлургии – как раз невозможность изготовления изделий сложной формы.)

2. Теплофизические расчеты в главах 3 и 4 проводились по сложным формулам с 6 корнями характеристических уравнений с использованием функций Бесселя для случаев малых значений критерия Био $2,189 \cdot 10^{-3}$ и $8,408 \cdot 10^{-3}$ и были получены очевидные с самого начала результаты об отсутствии распределения температуры по слитку в процессе его охлаждения. При малых Био такие расчеты по охлаждению слитка следовало проводить по значительно более простым формулам для охлаждения тела в отсутствие распределения температуры по нему. Кроме того, в теплофизических расчетах не учитывался фазовый переход затвердевания расплава, а при проведении расчетов по охлаждению слитка по значительно более простым формулам для охлаждения тела в отсутствие распределения температуры такой учет было бы несложно сделать.

3. Рисунок 85 диссертации не соответствует аналогичному рисунку 18 в автореферате, в котором метка «10 мм» ошибочно отнесена к случаям (б) и (в) вместо случая (а).

4. В диссертации не очень много опечаток в виде орфографических и пунктуационных ошибок, но они есть на страницах 109, 114, 115, 126, 127, 131, 145, 180, 186, 194, 201, 202, 203, 205.

Заключение

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

В целом диссертационная работа Санина В.В. представляет собой научно-квалификационную работу, в которой содержится решение задачи создания научных основ новой интегральной технологии получения гетерофазных металлических сплавов, включающей самораспространяющийся высокотемпературный синтез и вакуумно-индукционный переплав, имеющей важное значение для материаловедения в металлургии.

Диссертационная работа отвечает требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, к кандидатским диссертациям и соответствует специальности 05.16.09 –Материаловедение (металлургия), а ее автор, Санин Виталий Владимирович, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по этой специальности.

Официальный оппонент,
заведующий кафедрой «Металловедение,
порошковая металлургия, наноматериалы»
ФГБОУ ВО «Самарский государственный
технический университет», доктор физико-
математических наук, профессор

Амосов
Александр
Петрович

Телефон: (846) 242-28-89. E-mail: valindor@yandex.ru.
443110, Самара, ул. Молодогвардейская, 244, Главный корпус.

Подпись А.П.Амосова
Проректор ФГБОУ ВО
В.Т.Н., профессор
30.04.20.



М.В. Мемашев