

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

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый заместитель Генерального
директора по научной деятельности
Федерального государственного
унитарного предприятия «Центральный
научно-исследовательский институт
черной металлургии им. И.П. Бардина»

В.А. Углов

2020 г.

«30» 04

2020 год № 165-2/15

на №

от

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу **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 диссертационной работы.

Прогресс в создании новых образцов техники во многом зависит от разработки и совершенствования существующих промышленных технологий получения материалов с требуемым набором эксплуатационных свойств, поэтому научные изыскания, направленные на дальнейшее совершенствование технологий получения материалов с заданной структурой и набором функциональных свойств, в настоящее время является областью повышенного внимания в материаловедении и технике.

Металлические сплавы являются наиболее массовым и востребованным материалом, используемым в современных технических устройствах. По этой причине диссертационная работа В.В. Санина, направленная на разработку технологических принципов получения гетерофазных металлических сплавов различного состава путем совмещения СВС-металлургии и технологий

одностадийного вакуумно-индукционного переплава (ВИП) и исследование особенностей структурообразования является актуальной. Совмещение технологий СВС и ВИП открывает новые возможности получения металлических материалов с новыми свойствами и с пониженной себестоимостью.

Среди наиболее важных результатов, **представленных к защите**, следует выделить:

– Результаты исследований влияния температурно-временных режимов одностадийного ВИП и анализа двухфазной области для сплавов ХТН-61-Ц (СВС-Ц) и CompoNiAl, полученных методом СВС-металлургии, позволяющие максимально близко воспроизводить мелкозернистую структуру СВС-сплава.

– Результаты исследований по получению длиномерных 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 (CompoNiAl), 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.

Структура диссертации и ее основные положения

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов, списка литературы из 191 источников и трех приложений. Диссертация изложена на 223 страницах, содержит 12 таблиц, 90 рисунков.

Во введении представлена общая характеристика диссертационной работы, дано обоснование актуальности темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследований, изложены новизна и практическая значимость работы, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе изложен аналитический обзор литературы, посвященный описанию основных технологических схем производства гетерофазных металлических сплавов, включая: открытую плавку, вакуумно-индукционную плавку, вакуумно-индукционную плавку в холодном тигле, вакуумно-дуговой переплав, электроннолучевую технологию плавки, электрошлаковый переплав, а также описание интенсивно разрабатываемых технологий аддитивного производства (АТ). Рассмотрены основные достоинства и недостатки каждого из способов. Отмечается, что многие физико-химические характеристики металлических материалов закладываются именно на металлургической стадии и в дальнейшем определяют требуемое качество материалов и изделий из них. В заключение первой главы, обоснована перспективность проведения исследований, направленных на поиск новых междисциплинарных научно-технических направлений в области материалообразующих процессов. На основе проведенного анализа сформулированы цель и задачи исследования.

Во второй главе представлено развернутое описание разрабатываемой технологической схемы получения исследуемых гетерофазных металлических сплавов, включающей стадии синтеза методами СВС-металлургии и ВИП. Изложено описание основных методик исследования полученных сплавов, а также основных характеристик, используемых исходных порошковых компонентов для СВС. Представлены иллюстрации, схемы и описание используемых в работе установок.

В третьей главе на примере сплава $\text{Cu}_{70}\text{Fe}_{30}$ с несмешивающимися компонентами экспериментально апробирована технологическая последовательность получения материалов, включающая стадию центробежной СВС-металлургии и последующего ВИП. Определены параметры синтеза. Анализ полученных микроструктур позволил сделать заключение о

формировании в СВС-сплаве мультимодальной, иерархической структуры, состоящей из трех уровней. В процессе ВИП были получены длинномерные стержни из сплава методом вытягивание из расплава.

В четвертой главе представлены результаты исследования структуры и механических свойств полученного высоколегированного жаропрочного сплава на Со-основе (ХТН-61 СВС-Ц), полученного методом СВС-металлургии и последующего ВИП. Приведены результаты исследования двухфазной области на высокотемпературном комплексе ВИК-ВМР. Установлено, что температура плавления (ликвидус) сплава составила $T_L = 1340$ °С, а температура солидус (T_S) составляет 1310 °С. Выявлена структурная наследственность СВС-сплава. Показано, что повышение температуры перегрева и времени выдержки приводит к укрупнению структурных составляющих сплава.

Из СВС-сплава на стадии ВИП получены литые прутковые заготовки диаметром 80 мм. и длиной 350 мм. и длинномерные электроды малого диаметра - \varnothing 3мм и длиной 500 ± 30 мм. Показано, что механические свойства сплава имеют высокие показатели при температурах до 1050 °С.

В пятой главе изложены результаты комплексного исследования сфокусированные на получение композиционных сферических микрогранул (интерметаллидной сплав /сталь) для аддитивных технологий. Для получения микрогранул было использовано плазменное центробежное распыление (ПЦР) отлитого электрода со слоевой макроструктурой включающий литой внутренний стержень из полученного ранее СВС-сплава (CompoNiAl) и внешнюю стальную оболочку, сформированную на стадии ВИП при разливке в цилиндрическую стальную оболочку-кристаллизатор. Выявлено, что при ПЦР слоевого электрода при вращении происходит смешивание составов и образование гранул композиционного состава. Найдены оптимальные режимы синтеза сплава, температурно-временных параметров при ВИП и получения композиционных микрогранул, имеющих сферическую форму частиц с коэффициентом неравномерности 0,99%. Микроструктурный анализ гранул выявил отсутствие дефектов кристаллизации в виде углублений и пор, на

поверхности гранул не наблюдается сателлитных частиц, структурные составляющие (интерметалид/ сталь) равномерно распределены по объему микрогранул, низкое содержание газовых примесей.

Научная новизна диссертационной работы

В диссертационной работе впервые получены следующие наиболее важные научные результаты:

1) 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.

2) 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 (наплавочные электроды) из сплава ХТН-61-Ц (СВС-Ц).

3) Экспериментально апробирована интегральная технологическая цепочка получения композиционных сферических микрогранул (сплав CoCrNiAl / сталь) для применения в аддитивных технологиях, включающая: (i) — синтез литого интерметаллидного сплава CoCrNiAl (центробежная СВС-металлургия) (ii) — одностадийный рафинирующий вакуумно-индукционный переплав (ВИП) и последующая разливка высокотемпературного расплава CoCrNiAl в цилиндрическую стальную оболочку-кристаллизатор для получения слоевого электрода, (iii) плазменное центробежное распыление (ПЦР) отлитого электрода CoCrNiAl / стальная оболочка. Найдены оптимальные режимы получения композиционных (CoCrNiAl / сталь) микрогранул.

Практическая значимость диссертационной работы

Разработана лабораторная технология, включающая синтез литых материалов методом центробежной СВС-металлургии и вакуумно-индукционный переплав (ВИП), для получения литых гетерофазных металлических сплавов: $\text{Cu}_{70}\text{Fe}_{30}$, высоколегированного жаропрочного сплава на Co -основе (ХТН-61 СВС-Ц) и интерметаллидного сплава на основе адюминидпа никеля (NiAl)- CoCrNiAl . Это может открыть новые перспективы получения литых материалов с новыми свойствами при одновременном снижении затрат на их производство.

Разработан и запатентован способ получения литых электродов из сплавов на основе алюминидпа никеля (Патент РФ 2 644702).

Разработана лабораторная технология получения ЛПЗ непосредственно в процессе одностадийного ВИП сплавов, полученных методом СВС-металлургии, что позволяет создавать изделия с уникальной мелкозернистой микроструктурой, свойственной СВС-продуктам.

Экспериментально выявлены основные параметры получения слоевых расходных электродов по интегральной технологии для ПЦР и получения композитных микрогранул для АТ, состоящих из интерметаллидного сплава и материала кристаллизатора-оболочки (Me), где Me — может быть различная сталь, сплавы на основе Co , Ni , Mo , Nb и др. Это может стать основой для

нового научного направления по получению металлических композиционных гранульных материалов для АТ.

Испытание композиционных микрогранул CompoNiAl / Fe, выполненные АО «Композит», демонстрируют, что полученные микрогранулы полностью удовлетворяют современным требованиям технологий аддитивного производства и могут быть использованы для изготовления изделий методами селективного электронно-лучевого сплавления и прямого лазерного нанесения материалов.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством экспериментальных данных и применением статистических методов обработки результатов, сопоставлением полученных данных с результатами других авторов.

Оформление диссертации, публикации и апробация

Структура диссертации логично построена, содержание соответствует цели и задачам исследования. Результаты работы опубликованы в 8 статьях в реферируемых научных журналах. По результатам исследований зарегистрирован 1 патент РФ, 1 ноу-хау; подано 2 заявки на патент РФ, на одну из них получено положительное решение. Результаты прошли широкую апробацию на многих тематических международных и российских конференциях.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Все полученные результаты доведены автором до уровня, позволяющего рекомендовать их для практического использования на высокотехнологичных предприятиях и в организациях, занимающихся разработкой и исследованием новых металлических материалов для высокотемпературного применения и композиционных гранульных материалов для АТ. К их числу относятся ФГУП ВИАМ, ГК «Роскосмос», ГК «Росатом», АО «ОДК», ПАО «ОАК», АО «Вертолеты России», АО Корпорация «ГРВ», НПО Сатурн, АО

«Авиадвигатель», АО «Композит», АО «Пермский моторный завод», МИСИС, СПбУ, СГТУ, ИСМАН, ИМЕТ РАН, и др.

Замечания по диссертационной работе

Общий анализ текста диссертации выявил недостатки, среди которых следует выделить следующие: *(как предложение)*

- В описание диссертации не представлены результаты апробирования полученных микрогранул в условиях SLS, что имеет особую практическую актуальность. Будет ли сохраняться композиционная структура?

- В тексте диссертации и автореферата встречаются редакционные погрешности и опечатки, кроме того, на некоторых рисунках трудно различимы размерные метки, а также надписи фаз на самих рисунках, что затрудняет понимание.

Сделанные замечания не влияют на общую, положительную оценку диссертационной работы Санина В.В, являющейся законченным научным исследованием и выполненной автором на высоком методическом уровне.

Общее заключение по работе

Новые научные результаты, полученные диссертантом, имеют важное значение для дальнейшего развития технологий получения металлических материалов на основе гетерофазных сплавов и их последующее продвижение в сторону практического применения. Работа свидетельствует о широкой научной эрудиции соискателя и его высоких навыках исследователя. Автореферат достаточно полно отражает содержание диссертации. Выводы и рекомендации вполне обоснованы.

Диссертация представляет собой законченную научно-исследовательскую работу, которая по актуальности поставленных задач, научной новизне, объему, уровню опубликованных работ, практической значимости, достоверности полученных результатов и степени обоснованности выводов соответствует пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 года, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а

ее автор – Санин Виталий Владимирович заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 — Материаловедение (металлургия).

Диссертационная работа Санина В.В. на тему «Технологические принципы получения гетерофазных металлических сплавов, включающие самораспространяющийся высокотемпературный синтез и вакуумно-индукционный переплав» заслушана и обсуждена на заседании научно-технического совета Научного центра физико-химических основ и технологий металлургии ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина» 14 апреля 2020 года (Протокол № 3).

Председатель НТС Научного центра
физико-химических основ
и технологий металлургии



И.Г.Родионова

Секретарь совета



А.В. Амежнов

Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П.Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина»)
105005, Москва, ул. Радио 23/9, стр. 2
Тел.: (495) 777-93-01 (Приёмная), Факс: (495) 777-93-00,
E-mail: chermet@chermet.net