

УТВЕРЖДАЮ

И.о. заместителя генерального
директора по научной работе
АО «НПО» ЦНИИТМАШ»,
канд. техн. наук

П.А. Козлов

2024 г.



ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Католикова Владимира Дмитриевича
**«Разработка режима азотирования расплава на основе никеля при
получении микрогранул на установке плазменного
центробежного распыления»,**

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

В диссертационный совет Д.212.132.11 на базе ФГАОУ ВО
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
(НИТУ «МИСИС»)

Быстрое развитие научно-технического прогресса в различных областях промышленности требует разработки новых материалов, повышения физико-механических и эксплуатационных характеристик существующих материалов. В последние десятилетия наблюдается повышенное внимание ученых-металлургов к сталям и сплавам, легированных азотом, а также к методам получения сплавов с заданным содержанием азота. Хорошо известен положительный эффект применения азота в качестве легирующего элемента, заключающийся в частичной замене таких элементов как Ni, Mn и др. Однако, несмотря на возрастающий интерес к азотсодержащим сталям и сплавам, большинство публикаций посвящено анализу существующих-классических способов введения азота в жидкий расплав и технологиям азотирования с использованием установок специальной электрометаллургии.

Одним из перспективных способов получения микрогранул является гранульный способ получения высоколегированных сплавов, однако в научно-технической литературе имеется ограниченная информация об использовании азота в качестве повышения свойств гранул. Особого внимания и изучения требуют термодинамические и кинетические особенности процесса взаимодействия азотсодержащей плазмы с пленкой расплава на торце расходуемой заготовки и с каплей, из которой образуется микрогранула.

Ввиду малого времени протекания этого процесса, его кинетические параметры нуждаются в уточнении.

Поэтому диссертационную работу Католикова Владимира Дмитриевича следует считать актуальной, так как она посвящена решению важной практической задачи, а именно исследованию процесса и разработке режима азотирования сложнолегированного сплава на установке плазменного центробежного распыления.

Работа обладает определенной научной новизной:

1) Впервые опробован метод азотирования расплава при получении металлических микрогранул на установке плазменного центробежного распыления расходуемого электрода из сплава на базе никеля. Получены микрогранулы с содержанием азота до 0,035 %;

2) Изучен процесс взаимодействия расплава с азотсодержащей плазмой при получении микрогранул и установлено, что насыщение его азотом происходит на двух стадиях: 1 – при контакте жидкой пленки металла на торце расходуемого, оплаваемого электрода, и 2 – при взаимодействии жидкой капли расплава после отрыва от оплаваемого электрода с кроной азотсодержащей плазмы. Установлено, что усвоение расплавом азота из плазмообразующего газа, составляет от 25 % до 50 % в зависимости от содержания азота в плазмообразующем газе. Уровень легирования расплава составляет от 20 % до 55 % предела растворимости азота в расплаве равновесном с параметрами азотсодержащей плазмы. Лимитирующим звеном насыщения расплава азотом является конвективный перенос атомов азота в расплаве;

3) Предложена математическая модель, позволяющая прогнозировать содержание азота в микрогранулах при распылении заготовки с использованием азотсодержащей плазмы, с учетом химического состава сплава, парциального давления азота в плазмообразующем газе, скорости вращения расходуемой заготовки, времени контакта жидкой пленки металла с азотсодержащей плазмой на торце вращающегося электрода, температуры протекания процесса. Результаты расчета по модели сопоставлены с экспериментальными данными, полученными при парциальном давлении азота в плазмообразующем газе 0,15 атм. и 0,20 атм. и частоте вращения расходуемого электрода 15 и 20 тыс. об/мин, и подтверждают адекватность предложенной модели;

4) Определены и обоснованы технологические параметры процесса азотирования модельного сплава на базе никеля на установке плазменного центробежного распыления, включающие парциальное давление азота в плазмообразующем газе, скорость вращения расходуемого электрода,

температуру процесса. Например, для получения азота в микрогранулах на уровне 0,035 % необходимо выдержать следующие параметры: парциальное давление азота в плазмообразующем газе не ниже 0,4 атм., скорость вращения заготовки не менее 20 000 об/мин.

Практическая значимость работы состоит в следующем:

Предложен и опробован способ легирования азотом расплава, позволяющий получать микрогранулы сплава на основе никеля типа ЭП741НП на установке плазменного центробежного распыления, включающий использование азотсодержащей плазмы в качестве источника нагрева и азотирования.

Результаты, полученные при выполнении диссертационной работы, позволили автору сформировать ряд рекомендаций по разработке технологии азотирования расплава на основе никеля на установке плазменного центробежного распыления для получения микрогранул. Рекомендации, согласно Акту, представленному АО «Композит», будут использованы при реализации промышленной технологии азотирования расплава для получения микрогранул на установке плазменного центробежного распыления.

Полученные в работе новые научные данные, разработанные математические модели, подтвержденные практическими результатами, можно рекомендовать к применению на промышленных предприятиях и в научно-исследовательских организациях, занимающихся исследованиями и разработкой способов легирования расплава азотом.

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением комплексного подхода к решению поставленных задач с учетом основных закономерностей физико-химических процессов, использованием современных методов и методик исследования. Результаты экспериментов, представленные в работе, получены с использованием современного исследовательского оборудования, применением автоматизированных методов обработки данных.

Диссертационная работа написана и оформлена в соответствии с действующими нормативами и состоит из введения, 5 основных глав, выводов, списка использованных источников из 133 наименований и одного приложения. Общий объем работы составляет 140 страниц машинописного текста, включая 43 рисунка и 17 таблиц.

Во введении охарактеризована проблема, обоснована актуальность научного исследования, сформулированы цели и задачи работы, отмечены научная новизна и практическая значимость, положения, выносимые на защиту, сведения об апробации работы.

В первой главе представлен аналитический обзор научно-технической литературы и публикаций по теме диссертационной работы. Рассмотрены как методы поверхностного азотирования, так и способы насыщения расплава азотом, приведены данные отражающие преимущества введения азота в жидкий металл. Подробно рассмотрены процессы, протекающие при азотировании на установке плазменно-дугового переплава, определены ключевые параметры, оказывающие влияние на термодинамику и кинетику процесса насыщения расплава азотом при получении микрогранул. Сформулированы цель и задачи исследования, заключающиеся в исследовании термодинамических и кинетических особенностей процесса насыщения расплава на основе никеля азотом в условиях плазменного центробежного распыления.

Вторая глава посвящена описанию используемых материалов, оборудования, методов исследования. Представлена основная информация об установках специальной металлургии и измерительном оборудовании, используемых при выполнении работы. Приведены основные технологические параметры, учитываемые при проведении исследований.

Описана методика проведения полупромышленных экспериментов по легированию расплава на основе никеля азотом при получении микрогранул на установке плазменного центробежного распыления. Рассматриваются вопросы изготовления расходного электрода и исследования процесса азотирования при изготовлении металлических микрогранул с заданным содержанием азота. В качестве объектов исследования выбраны азотсодержащие микрогранулы сплава ЭП741НП, фракционный состав которых варьировался от 25 до 300 мкм.

В третьей главе рассмотрен ряд теоретических вопросов, посвященных изучению взаимодействия расплава с азотсодержащей плазмой на торце оплавленного электрода, а также короны плазмы с каплями до их кристаллизации. Представлен обзор механизмов процессов, протекающих в плазме. Показано, что азот может находиться одновременно в следующих формах: молекулярной, молекулярной ионизированной, атомарной и ионной.

Проведена оценка растворимости азота с учетом взаимодействия перечисленных форм с расплавом на основе никеля при температурах выше 1973 К и различных парциальных давлениях азота. Результаты теоретического анализа позволили сделать вывод о том, что содержание азота в выбранном модельном сплаве ЭП741НП может достигать 0,20 %.

Выполнен анализ кинетических особенностей взаимодействия азотсодержащей плазмы с расплавом на установке плазменного центробежного распыления. Предложена математическая модель,

позволяющая оценить время нахождения расплава на торце оплаваемого электрода под столбом плазмы. Показано, что лимитирующей стадией процесса азотирования является конвективная диффузия атомов азота в расплаве.

В четвертой главе представлены результаты проведенных полупромышленных плавов по легированию расплава на основе никеля азотом при получении микрогранул на установке плазменного центробежного распыления, проведено сравнение практических данных и расчетными по предложенным моделям. Приведена методика оценки времени кристаллизации микрогранулы, выполнен анализ зависимости содержания азота в микрогранулах от их размеров.

Установлено, по утверждению автора, что на установке плазменного центробежного распыления возможно получение микрогранул с заданным содержанием азота в пределах от 20 % до 55 % предела его растворимости в условиях плазменно-дугового переплава. Показано, что процесс насыщения расплава азотом протекает на двух стадиях: на торце оплаваемого электрода под столбом азотсодержащей плазмы и при взаимодействии жидкой капли металла с короной азотсодержащей плазмы. Основной вклад в процесс азотирования вносит первая стадия. Уточнено значение полуэмпирического кинетического коэффициента, связывающего константу скорости массопереноса с удельной площадью реакционной зоны, оказывающего влияние на процесс азотирования.

В пятой главе представлены результаты исследования микротвердости азотсодержащих и безазотистых микрогранул. Представлены практические рекомендации по азотированию расплава на основе никеля при получении микрогранул на установке плазменного центробежного распыления.

Автореферат отражает содержание диссертации, результаты которой достаточно полно освещены в научно-технических изданиях, соответствует основным ее положениям.

Основные положения и результаты диссертационной работы опубликованы в 7-ми печатных работах, из которых 3 работы в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ (2 – в базах Web of Science/Scopus) в полной мере отражают ее содержание. Результаты работы неоднократно докладывались и обсуждались на Международных и Российских научно-технических конференциях. Диссертационная работа в целом характеризуется согласованностью результатов с экспериментальными данными, опубликованными в научной литературе.

По диссертационной работе Католикова Владимира Дмитриевича имеются следующие замечания:

1) Автор связывает актуальность темы диссертационной работы с известным положительным влиянием легирования азотом на повышение прочности и коррозионной стойкости сплава. Недостаточно исследований по влиянию на коррозионную стойкость сплава, что требует проведения дальнейших работ.

2) В гл. 2 не приведены данные о проверке физической и химической однородности литого расходного электрода, форма которого с соотношением высоты к диаметру $H/D \sim 10$ способствует формированию ликвационных и усадочных дефектов. В работе не отражено, как вероятно имеющиеся несплошности электрода и его химическая неоднородность сказываются на процессе и результатах азотирования микрогранул.

3) В гл. 4 представлены экспериментальные данные лишь на начальных участках кривых, отражающих зависимости содержания азота в микрогранулах от его парциального давления в газовой фазе, а также от отношения площади поверхности взаимодействия металл-газ к среднему объему микрогранулы. Автор недостаточно корректно экстраполировал экспериментальные данные.

4) В работе не приведены данные по распределению азота в объеме микрогранул. В работе показано изменение прочности при изучении изменения микротвердости, только этих данных недостаточно для полноты оценки эффекта влияния на прочность.

Последнее время диссертационные работы не уделяют достаточного внимания выяснению экономической эффективности результатов проведенных работ.

В работе имеется значительное количество орфографических и синтаксических ошибок, на которые указано автору.

Несмотря на отмеченные недостатки по совокупности положительных результатов, считаем возможным рекомендовать диссертационную работу Католикова Владимира Дмитриевича к защите для присуждения степени кандидата технических наук.

Заключение:

Диссертация является завершенной научно-квалификационной работой, выполненной на актуальную тему, обладающей внутренним единством, в которой на основании проведенных автором исследований изложены новые научно-обоснованные решения в области разработки технологии получения сплавов с заданным содержанием азота.

Работа является актуальной, полученные результаты обладают научной новизной и практической значимостью.

Содержание диссертационной работы соответствует паспорту специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Содержание автореферата соответствует содержанию диссертации и в необходимом объеме отражает ее основные результаты и выводы.

Текст диссертации не содержит заимствованного материала без ссылки на автора и источника заимствования.

Таким образом, диссертационная работа «Разработка режима азотирования расплава на основе никеля при получении микрогранул на установке плазменного центробежного распыления», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований изложены новые научно обоснованные технологические решения в области азотирования расплава за счет азотсодержащей плазмы при получении микрогранул, что соответствует требованиям п. 2 «Положения о порядке присуждения ученых степеней в НИТУ МИСИС» П 710.05-24 от 18 апреля 2024 г., предъявляемым к диссертациям на соискание ученых степеней, а ее автор Католиков Владимир Дмитриевич заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Отзыв подготовлен заведующим лабораторией специальной электрометаллургии, лауреатом премии Правительства РФ, д.т.н. Левковым Леонидом Яковлевичем.

Доклад по диссертационной работе Католикова Владимира Дмитриевича заслушан и обсужден на заседании научно-технического совета ИМиМ АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (Протокол НТС № 7 от 25.06.2024), на котором присутствовали доктора техн. наук, кандидаты техн. наук, а также сотрудники. За предложенный текст отзыва проголосовали единогласно.

Председатель НТС ИМиМ
АО «НПО «ЦНИИТМАШ»,
докт.техн.наук, проф.,
лауреат ГП СССР,
премии Правительства РФ

В.С. Дуб

Ученый секретарь НТС ИМиМ

М.С. Соловьева

Акционерное общество «Научно производственное объединение «Центральный научно-исследовательский институт технологии машиностроения» (АО «НПО «ЦНИИТМАШ»)
115088, г. Москва, ул. Шарикоподшипниковская, д. 4.
Тел. +7 (495) 675-83-02, факс: +7 (495) 674-21-96
e-mail: cniitmash@cniitmash.com