

ОТЗЫВ

официального оппонента Калина Б.А. на диссертационную работу Нечайкиной Татьяны Анатольевны «Структура и механические свойства жаропрочного и радиационностойкого трехслойного материала на основе ванадиевого сплава с покрытием из коррозионностойкой стали», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Существующий в атомной отрасли вектор на развитие эффективной энергетики на быстрых нейтронах с замкнутым топливным циклом и с ориентацией на высокие повреждающие дозы в конструкционных материалах оболочек твэлов активных зон предполагает достаточно жесткие условия работы материалов по жаропрочности, сопротивлению распуханию, радиационной ползучести и радиационному охрупчиванию. Ресурс существующих аустенитных хромоникелевых сталей, как основного материала оболочек твэлов ТВС БН-600 и БН-800, ограничен степенью радиационных повреждений на уровне 100-120 сна и эксплуатационной температурой порядка 700⁰С. Планируемый переход на хромистые стали, обладающие большим сопротивлением распуханию по сравнению с хромоникелевыми сталями, проигрывают последним в жаропрочности, так как имеют максимальную рабочую температуру не выше 600 - 650⁰С. Ведущийся поиск дисперсно-упрочненных оксидами хромистых сталей, позволяющих несколько (например на 20⁰С) повысить рабочую температуру оболочки твэла, значительно увеличит затраты на изготовление оболочек.

Существенное увеличение температуры оболочек твэлов (до 800⁰С) позволяют сплавы ванадия. Однако, сдерживающим фактором использования для оболочек твэлов сплавов ванадия является их охрупчивание при взаимодействии с кислородом и азотом, растворимость которых в ванадии высокая при температурах выше 400 °С. Поэтому для использования в качестве конструкционного материала в активных зонах энергетических установок ванадиевых сплавов, например, системы V-Ti-Cr, необходима его защита с поверхности коррозионностойкими материалами, например, высокохромистой ферритной сталью. В таком многослойном материале жаропрочность и радиационная стойкость будут обеспечены ванадиевым сплавом, а коррозионная стойкость – стальным покрытием.

На момент начала данной работы такого трехслойного материала на основе ванадиевых сплавов не существовало. В свете вышеизложенного создание нового материала, одновременно обладающего высокой жаропрочностью, радиационной и коррозионной стойкостью **является безусловно актуальным**. Об актуальности проведенного исследования свидетельствует поддержка предприятиями Госкорпорации «Росатом» и Топливной компании «ТВЭЛ» контрактами с НИТУ «МИСиС» этих исследований.

Анализ диссертационной работы, состоящей из пяти глав, показал, что **основные положения диссертации, выводы и рекомендации автора обоснованы:**

-комплексным характером исследования структурно-фазового состояния трехслойного материала на основе ванадиевого сплава и стали на различных стадиях обработки, установлением закономерностей формирования зоны диффузионного взаимодействия материалов-компонентов в виде твердого раствора, определяющего прочность соединения сплава ванадия и сталей, определения механических свойств трехслойных труб и листов в интервале температур 20 – 1000⁰С, моделированием совместного прессования трехслойной трубы «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь» методом конечных элементов в программе QFORM, установлением влияния параметров деформации на распределение температуры, напряжения и деформации по сечению трехслойной трубы при разных режимах ДТО;

-использованием данных представительных исследований характеристик прочности при растяжении ($\sigma_b = 300 - 400$ МПа; $\sigma_{0,2} = 200 - 250$ МПа) трехслойных труб при температурах $600 - 700$ °С, что более чем на $50 - 100$ МПа превышает прочность аустенитных и ферритно-мартенситных радиационно-стойких сталей, данных по ширине «переходной» зоны, которая при отжиге материала в интервале температур $800 - 1000$ °С увеличивается с $10 - 25$ мкм до $100 - 130$ мкм, данных по формированию слоя новых равноосных зерен размером до 10 мкм, а непосредственно на границе соединения» ультрамелких зерен размером $\sim 300 - 500$ нм, в результате совместной деформации и рекристаллизации при 1100 °С, что обеспечивает высокую прочность соединения материалов;

-применением совокупности новых высокоинформативных материаловедческих методик и технологий, включая оптическую, сканирующую и просвечивающую электронную микроскопию и микрорентгеноспектральный анализ (микроскопы Axiovert 40 MAT, JSM-6610LV и JEM 2100), рентгеновскую спектроскопию по длине волны (на микроскопе JEOL JXA-8900 SuperProbe Electron Probe Microanalyzer), измерение микротвердости (микротвердомер Micromet 5101 (Buehler) с цифровой камерой Mitron MTV-62W1P), механические испытания микрообразцов на растяжение (Instron 5966).

Важно отметить, что исследования выполнены на опытных образцах трехслойных листов и труб ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr, покрытых коррозионностойкой сталью типа X13 – X17, изготовленных на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ» по технологии совместной горячей и холодной пластической деформации.

Основной целью работы соискателя является создание трехслойного материала на основе жаропрочного ванадиевого сплава V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr, защищенного с поверхности коррозионностойкой сталью, и изучение его структуры и механических свойств. Решая задачи на этом пути, начиная с выбора и обоснования материалов, разработки способа получения трехслойного материала, с разработкой режимов деформационно-термической обработки (ДТО) для получения трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» на лабораторном оборудовании, изучения структурно-фазовых превращений и формирования «переходной» зоны соединения между сплавом ванадия V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr и сталью типа X13 – X17 в трехслойном материале и проведения механических испытаний трехслойных образцов, соискатель внес **заметный вклад в новые знания и практику разработки материалов.**

В части **научной значимости** необходимо отметить полученные новые знания о структурно-фазовых превращениях в зонах контакта стали и сплавов ванадия на основе детального изучения состояния «переходной» зоны диффузионного взаимодействия между сплавами ванадия V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr и сталями типа X13 – X17, представляющей собой непрерывный ряд твердых растворов с переменным химическим составом, и её эволюцию при отжиге в интервале температур $800 - 1000$ °С.

Соискателем показано, что структура и свойства «переходной» зоны трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» определяются температурой и временем горячей деформации, а также режимом отжига и скоростью последующего охлаждения, что в процессе совместного прессования при 1100 °С в результате рекристаллизации вблизи границы «сталь/ванадиевый сплав» со стороны стали формируется слой «общих» мелких равноосных зерен размером до 10 мкм, а непосредственно на границе соединения формируется слой с ультра мелкозернистой структурой с размером зерен $300 - 500$ нм, обеспечивающий высокую прочность соединения материалов. При последующем отжиге (800 °С, 2 ч) происходит формирование рекристаллизованной структуры с размером зерен в стали до 80 мкм и частично рекристаллизованной структуры в ванадиевом сплаве. Повышение температуры отжига до 1000 °С обеспечивает полностью рекристаллизованную структуру в ванадиевом сплаве с размером зерна $20 - 30$ мкм и рост зерна в сталях до $100 - 150$ мкм вблизи границы соединения и до $70 - 95$ мкм вблизи поверхности образцов. Соискателем показано, что при использовании в качестве покрытия стали 20X13 требуется специальное регламентированное охлаждение с температуры горячей деформации и от-

жига со скоростью менее 40 °С/ч, исключая образование мартенсита в структуре стальных слоев.

В части **значимости результатов исследования для практики** необходимо отметить результаты работы соискателя по моделированию процесса совместной деформации, позволившие определить технологические режимы деформационно-термической обработки трехслойных труб «сталь/ванадиевый сплав/сталь» заданного размера с равномерным распределением стального покрытия и отсутствием дефектов по всей длине изделия, и изготовить их опытные образцы на промышленном оборудовании.

Для процесса изготовления трехслойных труб и листов важными являются результаты соискателя, полученные на установке Gleeble по совместному прессованию композиций «сталь/ванадиевый сплав/сталь» для изготовления на промышленном оборудовании трехслойных труб с равномерным распределением стального покрытия и отсутствием дефектов по всей длине изделия. В результате соискателем предложен способ и определены режимы деформационно-термической обработки для изготовления листа и труб из трехслойного материала. На лабораторном оборудовании изготовлены экспериментальные образцы трехслойных листов и труб. Разработаны и опробованы в эксперименте методы оценки их качества, структуры и механических свойств.

Результаты соискателя использованы АО «ЧМЗ» при отработке технологических схем деформационно-термической обработки и изготовлении трехслойных труб и листов из ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr, защищенных с поверхности ферритной коррозионностойкой сталью на промышленном оборудовании и для изготовления трехслойных труб из сплава V-4%Ti-4%Cr и коррозионностойких сталей 08X17T и 20X13.

Новизна и достоверность основных положений, выводов и результатов диссертации не вызывает сомнений. Методами совместной пластической деформации и термической обработки получен новый трехслойный жаропрочный, радиационно-стойкий и коррозионностойкий материал на основе ванадиевого сплава V-4%Ti-4%Cr, защищенного с поверхности коррозионностойкой ферритной сталью типа X13 - X17.

Изучено структурно-фазовое состояние трехслойного материала на основе ванадиевого сплава и стали на различных стадиях обработки и установлены закономерности формирования зоны диффузионного взаимодействия материалов-компонентов, определяющей прочность их соединения как после процесса совместного деформирования, так и в процессе последующей термической обработки, получены важные результаты эволюции микроструктуры по сечению зоны взаимодействия, объяснены причины образования высокопрочного соединения сталей и сплавов ванадия.

Определены механические свойства трехслойных труб и листов в интервале температур 20 – 1000 °С. Показано, что при нагружении растяжением и изгибе трехслойный материал «сталь/ванадиевый сплав/сталь» ведет себя как монолитный материал. Характеристики прочности при растяжении ($\sigma_v = 300 - 400$ МПа; $\sigma_{0,2} = 200 - 250$ МПа) трехслойных труб при температурах 600 – 700 °С более чем на 50 – 100 МПа превышают прочность аустенитных и феррито-мартенситных радиационно-стойких сталей.

Впервые проведено моделирование совместного прессования трехслойной трубы «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь» методом конечных элементов в программе QFORM и определено влияние параметров деформации на распределение температуры, напряжения и деформации по сечению трехслойной трубы при разных режимах ДТО.

В части **оценки содержания и оформления диссертации** необходимо отметить, что диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, выводов и списка использованных источников. **Введение** посвящено обоснованию актуальности темы, определению применения конструкционных материалов со сверхжесткими параметрами эксплуатации, формулированию требований к свойствам и описанию проблем получения таких материалов. Во введении определены цель, задачи исследования и предложены основные подходы к созданию нового материала на основе ванадиевого сплава и коррозионностойкой стали.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы по теме диссертационной работы и показано, что на момент начала работы ванадиевые сплавы не использовались как конструкционный материал для работы в средах с повышенным содержанием O, N, H из-за их охрупчивания при взаимодействии с данными примесями при температурах выше 400 °С и низкой коррозионной стойкости. Обоснована перспективность использования ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr при условии их коррозионной защиты для работы в сверхжестких условиях эксплуатации, в том числе для оболочек твэлов реакторов на быстрых нейтронах, работающих в условиях ЗЯТЦ и других энергетических установок.

Во второй главе обоснован выбор материалов-компонентов для создания многослойного материала с высокой жаропрочностью, радиационной и коррозионной стойкостью, а также описаны использованные образцы и методы исследования. Обоснован выбор защитного материала из числа сталей ферритного класса, которые имеют свойства, наиболее близкие к сплавам ванадия. Описаны составы выбранных материалов, методы получения трехслойных материалов, исследования микроструктуры, анализа распределения химических элементов вблизи границы соединения слоев, измерения микротвердости, механические испытания на растяжение и изгиб

В третьей главе приведены результаты экспериментов по получению плоских образцов трехслойного материала «сталь 08X17T/ванадиевый сплав V– 10%Ti– 5%Cr/сталь 08X17T» методом совместной горячей деформацией на установке Gleeble System 3800 и результаты исследования его структуры, фазового состава и механических свойств. Показал возможность получения трехслойного материала «сталь/сплав V-Ti-Cr/сталь» с образованием «переходной» зоны диффузионного взаимодействия толщиной 10 – 100 мкм на границе соединения материалов-компонентов, представляющей собой непрерывный ряд твердых растворов с монотонно изменяющимся химическим составом без образования вторых хрупких фаз.

В четвертой главе представлены результаты моделирования процессов деформации трехслойной трубной заготовки на основе ванадиевого сплава и стали, выполненного методом конечных элементов с использованием программного пакета QFORM. Показано, что прессование по данному режиму позволяет получить хорошее качество соединения слоев и равномерное распределение стального покрытия по сечению и длине трубы. Рекомендованный режим в дальнейшем был реализован при совместном прессовании трехслойной трубной заготовки «сталь/ванадиевый сплав/сталь» на промышленном оборудовании.

В пятой главе представлены результаты экспериментов по исследованию структуры и механических свойств трехслойных листов и труб на основе сплава V-4%Ti-4%Cr с покрытием из сталей ферритного и феррито-мартенситного классов, изготовленных на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ».

Диссертация изложена на 168 страницах машинописного текста, содержит 32 таблицы, 112 рисунков, библиографический список содержит 131 наименование. Написана грамотно и хорошо иллюстрирована, оформлена хорошо.

Основные результаты исследования, полученные соискателем, доложены и обсуждены на российских и международных тематических конференциях, т.е. достаточно полно известны общественности. В 2014 году соискатель прошел стажировку с представлением результатов диссертации в Ганновском университете имени Лейбница (Leibniz Universität Hannover, сокр. LUN), г. Ганновер, Германия. По теме диссертации **опубликовано 15 печатных работ**, из которых 4 статьи опубликованы в научно-технических журналах, рекомендованных ВАК, и 11 публикаций в других изданиях и сборниках трудов научных конференций.

Замечания по диссертационной работе

В композиции «Сталь//сплав ванадия//сталь» в силу различий в коэффициентах термического расширения при температурах выше 600°С (почти на 20%) при термических

качках могут возникнуть напряжения, уровень которых может привести к усталостному разрушению композиции. К сожалению, в диссертации нет оценок или экспериментов по испытанию соединения в процессе термоциклирования.

Имеются сведения о том, что при легировании ванадия «подразмерными» элементами, такими как Fe, Cr и др., даже при относительно невысоких флюенсах облучения радиационное распухание достигает 80–90 % (сплав V-5%Fe). В этой связи возникает вопрос о радиационной стойкости предложенной композиции, не произойдет ли сильное распухание диффузионного слоя шириной 10–25 мкм за счет проникновения Fe и Cr в V и, соответственно, потере теплового контакта покрытия с подложкой и его разрушению?

К сожалению, работа не лишена орфографических и грамматических неточностей, имеются не полные выходные данные у ряда литературных источников.

Отмеченные замечания носят скорее характер пожеланий автору на будущее и не затрагивают основные положения и выводы, представленные в диссертационной работе. Более того, диссертационная работа Нечайкиной Т.А. по полученным результатам и выводам, представленным научным положениям полностью соответствует критериям Положения ВАК Российской Федерации, предъявляемым к кандидатским диссертациям, и представляет собой законченную комплексную научную работу. Содержание автореферата полностью соответствует основным положениям диссертации.

Диссертационная работа производит хорошее впечатление благодаря высокому уровню экспериментального исследования и заслуживает положительной оценки, а её автор, Нечайкина Татьяна Анатольевна, за создание трехслойного материала на основе жаропрочного ванадиевого сплава V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr, защищенного с поверхности коррозионностойкой сталью, и изучение его структуры и механических свойств заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01-металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент,
Заслуженный деятель науки и техники РФ,
Заслуженный работник высшей школы РФ
И.о. заведующего кафедрой НИЯУ МИФИ,
д.ф.-м. н., профессор



Б.А.Калин

Сведения об официальном оппоненте:

bakalin@mephi.ru Калин Борис Александрович, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», адрес: 115409, РФ, г. Москва, Каширское ш., 31, Телефон: 8 (499) 324-31-65.

