



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Самарский государственный
технический университет»
(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

ул. Молодогвардейская, 244
г. Самара, 443100
Тел. (846) 2784-3111 Факс (846) 278-44-00
E-mail: rector@samgtu.ru

17.11.16 № 39/3963

На № _____ от _____

Ученому секретарю
Диссертационного совета Д212.132.05
при НИТУ «МИСИС»
Т.А. Лобовой

119049, г. Москва,
Ленинский проспект, 4

Направляем отзыв ведущей организации на кандидатскую диссертацию
Сентюриной Жанны Александровны «Получение сферических порошков из
сплавов на основе алюминиды никеля NiAl для аддитивных технологий».

Приложение: *Отзыв в 2 экз., на 7 л. каждый.*

Первый проректор –
проректор по научной работе,
д.т.н., профессор

 М.В. Ненашев



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Самарский государственный
технический университет»
(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

ул. Молодогвардейская, 244.
Самара, 443100
Тел. (846) 2784-311 Факс (846) 2784-400
E-mail: rector@samgtu.ru

17.11.16 № 39/3963
На № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор –
проректор по научной работе ФГБОУ ВО

«Самарский государственный
технический университет»,
д.т.н., профессор



М.В. Ненашев

2016 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Сентюриной Жанны Александровны
«Получение сферических порошков из сплавов на основе алюминид никеля NiAl
для аддитивных технологий»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы диссертации

Развитие современных аддитивных технологий (АТ), позволяющих за один цикл формировать заготовку изделия, близкую к конечной форме и требующую минимальной механической обработки, открывает новые перспективы для использования в промышленности высокотемпературных и труднообрабатываемых материалов. Особенный интерес для авиационной, ракетно-космической и энергетической отраслей промышленности представляют интерметаллидные соединения с высоким уровнем жаростойкости и термической стабильности. В частности, алюминид никеля NiAl является перспективной основой для создания легковесных высокотемпературных конструкционных материалов. Однако для реализации АТ требуются исходные порошки правильной сферической формы и регламентированной зернистости таких материалов, которые на сегодняшний день в России практически не производятся.

Основной целью диссертационной работы Сентюриной Ж.А. является создание интегральной технологии получения порошков правильной сферической формы и регламентированной зернистости из новых жаропрочных и жаростойких материалов на основе интерметаллида никеля NiAl для использования в аддитивных 3D – технологиях. Для решения поставленной задачи в работе предложено оригинальное технологическое решение, заключающееся в использовании энергоэффективной технологии центробежной СВС- металлургии для получения полуфабриката сплава с гомогенной структурой, последующий переплав полуфабриката для формирования крупногабаритной прутковой заготовки и ее плазменное центробежное распыление с целью получения качественных сферических гранул регламентированной зернистости.

На основании изложенного тема диссертационной работы Сентюриной Жанны Александровны «Получение сферических порошков из сплавов на основе алюминида никеля NiAl для аддитивных технологий» является актуальной и имеет практическое значение. Актуальность работы подтверждается ее выполнением в соответствии с тематическими планами НИР и ОКР по проекту ФЦП, хозяйственному с ОАО «Композит» и договору в рамках программы повышения конкурентоспособности НИТУ «МИСиС» среди ведущих мировых научно-образовательных центров.

Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, общих выводов, списка использованных источников и 4 приложений. Диссертация изложена на 168 страницах, содержит 32 таблицы, 121 рисунок и список использованных источников из 176 наименований.

Во введении дана общая характеристика работы: ее актуальность, основные цели и задачи, научная и практическая значимость полученных результатов, а также положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации представляет собой аналитический обзор литературы, в котором приведены общие сведения об алюминидах никеля и предложены подходы к легированию NiAl для повышения его механических свойств. Рассмотрены основные виды аддитивных технологий и сформулированы требования к порошковым материалам для них. Проведен сравнительный анализ перспективных методов получения сферических порошков, выявлены их преимущества и недостатки. На основании детального анализа отобранных данных выбраны системы легирования сплавов на основе алюминида никеля NiAl-Cr-Co-Hf, NiAl-Cr-Co-Hf-B и NiAl-Mo-Cr-B-Mn-Hf, и предложена оригинальная технологическая цепочка для их получения. Проведенный литературный обзор, безусловно, свидетельствует о

высокой эрудиции диссертанта и его детальном знакомстве не только с отечественной, но и с иностранной литературой по обсуждаемым проблемам.

Во второй главе приведены целевые составы новых сложнелегированных сплавов на основе NiAl, выбранных в качестве объекта исследования, а также основные характеристики исходных материалов, метод получения сферических порошков, включающий центробежную СВС- металлургию, индукционный переплав в инертной атмосфере и плазменное центробежное распыление и методики изучения структуры и свойств разрабатываемых материалов. Следует отметить комплексный подход к изучению структуры и свойств получаемых сплавов, включающий ряд современных аналитических методов, таких как растровая и просвечивающая электронная микроскопия, рентгенофазовый анализ, матричное индентирование и др.

Третья глава содержит результаты исследования процесса центробежной СВС- металлургии, особенности фазо- и структурообразования сплавов всех исследуемых систем. Показано, что метод СВС- литья позволяет получать качественные заготовки из интерметаллидных сплавов с гомогенной структурой и относительно низким содержанием газовых примесей. Особенный интерес в данной главе представляют экспериментально установленные зависимости структуры и свойств сплавов системы NiAl-Cr-Co-Hf от соотношения легирующих элементов Cr/Co при их неизменном суммарном содержании 18 %, полученные в ходе оптимизации состава сплава. Так, наибольшие значения прочности на сжатие (σ_b), твердости (H), упругого восстановления (R) и параметров H/E, H^3/E^2 имеет сплав с соотношением Cr/Co=2.

В четвертой главе приведены результаты исследований эволюции фазового состава, микроструктуры и свойств сплавов на основе исследуемых систем после индукционного переплава СВС- полуфабриката. Выявлено, что индукционный переплав полуфабриката способствует повышению характеристик прочности и жаростойкости материалов на основе NiAl за счет формирования более равновесной структуры сплавов, снижения концентрации газовых примесей и уменьшения количества дефектов в отливке. Высокий научный интерес представляют результаты экспериментальных исследований структурных превращений в сплаве NiAl-Cr-Co-Hf методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения при его нагреве непосредственно в колонне электронного микроскопа. В интервале температур 500-750°C для исследуемого сплава зафиксировано явление фрагментации дисперсных хромовых выделений на нанокристаллиты размером 20-100 нм, что способствует интенсификации зернограницной диффузии.

В пятой главе приведены установленные зависимости влияния технологических параметров плазменного центробежного распыления на гранулометрический состав и микро-

структуру получаемых порошков, а также результаты распыления интерметаллидной заготовки на промышленной установке и испытания полученных порошков. Согласно представленным результатам, полученные гранулы обладают сферической формой, низким содержанием газовых примесей, высокими показателями текучести и насыпной плотности. На основании промышленных испытаний полученных порошков можно заключить, что они удовлетворяют требованиям технологий гранульной металлургии и аддитивного производства

В заключении диссертации сформулированы общие выводы по работе.

Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Установлен экстремальный характер зависимости предела прочности при сжатии от соотношения Cr/Co в СВС- сплавах на основе системы NiAl-Cr-Co-Hf при их суммарном содержании 18 %, проявляющийся в том, что при увеличении соотношения Cr/Co в сплаве от 0,5 до 2 наблюдается рост предела прочности за счет выделения в интерметаллидной матрице NiAl упрочняющей дисперсной фазы на основе хрома; дальнейшее увеличение их соотношения до 3,5 приводит к уменьшению предела прочности, что обусловлено формированием толстых разупрочняющих хромовых прослоек на границе интерметаллидных зерен.

2. Методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения выявлены структурные превращения в сплаве $\text{Ni}_{41}\text{Al}_{41}\text{Cr}_{12}\text{Co}_6$ в процессе нагрева и предложен механизм растворения включений на основе хрома в интерметаллидной матрице NiAl: в интервале температур 20-500°C наблюдается уширение диффузионной зоны на границе раздела фаз Cr-NiAl; при дальнейшем нагреве до 750°C происходит фрагментация хромовых выделений на нанокристаллиты размером 20-100 нм, что увеличивает скорость растворения частиц хрома за счет интенсификации зернограничной диффузии.

3. Выявлен эффект измельчения фазы (Mo,Cr)B и повышение однородности ее распределения в интерметаллидной матрице сплава системы NiAl-Mo-Cr-B-Mn-Hf при добавлении наночастиц ZrO_2 в количестве от 0,5 до 1,5 % об. в процессе индукционного переплава за счет увеличения количества выделений тугоплавких дисперсных боридов (Hf,Zr)B, являющихся центрами кристаллизации для фазы (Mo,Cr)B.

4. Установлено снижение скорости ползучести сплава $\text{Ni}_{41}\text{Al}_{41}\text{Cr}_{12}\text{Co}_6$ после индукционного переплава, что обусловлено укрупнением зерна моноалюминида никеля NiAl, увеличением сопротивления диффузионной ползучести Кобла и ростом когезионной прочности границ зерен в результате более равномерного распределения по границам зерен фазы на основе гафния.

Значимость для науки и производства полученных результатов

На основании проведенных исследований разработан новый способ получения сферических гранул из новых жаростойких и жаропрочных сплавов на основе NiAl, включающий в себя центробежную СВС- металлургию, индукционный переплав в инертной атмосфере и плазменное центробежное распыление. В депозитарии НИТУ «МИСиС» под № 8-340-2016 ОИС от 8 апреля 2016 г. зарегистрировано ноу-хау «Состав и способ получения электродов из жаропрочного сплава на основе алюминида никеля для плазменного центробежного распыления гранул правильной сферической формы и регламентированной зернистости для использования в аддитивных 3d-технологиях». Практическая ценность работы также подтверждена разработкой методики и лабораторного регламента на процесс получения экспериментальных образцов гранул на основе алюминида никеля с использованием интегральной технологической цепочки. В ОАО «Композит» осуществлена апробация разработанной технологии и проведены комплексные испытания полученных гранул, которые показали, что их свойства полностью соответствуют требованиям технологий гранульной металлургии и аддитивного производства.

Степень обоснованности и достоверности каждого научного положения

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, достаточно обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждаются большим объемом экспериментальных данных, их корректной статистической обработкой, применением широкого спектра современного экспериментального и исследовательского оборудования и глубоким многоуровневым анализом полученных результатов в полном соответствии с современными концепциями материаловедения порошковых и композиционных материалов.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям

Выполнены все требования, предъявляемые к диссертациям. Проведен подробный анализ литературных данных, относящихся к теме диссертации, правильно установлены цели и задачи исследования, выбраны новые составы сплавов и предложена оригинальная методика их получения. Экспериментальные результаты представлены четко, как в виде графиков и фотографий структур, так и текста, их описывающего. Работа написана ясным языком, хорошо иллюстрирована. Диссертация и автореферат содержат необходимые разделы и соответствуют друг другу.

Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации

Диссертационная работа Сентюриной Ж.А. выполнена на высоком профессиональном уровне. Полученные результаты обладают научной новизной и имеют высокое фундаментальное и практическое значение.

К недостаткам по содержанию диссертации и автореферата следует отнести следующие:

1. Прочностные свойства всех исследуемых в работе сплавов определялись при испытаниях на сжатие. Почему не проводились испытания на растяжение?

2. В тексте диссертации невозможность получения сферических гранул из сплава системы NiAl-Mo-Cr-B-Mn-Hf объясняется наличием в структуре сплава структурных составляющих с сильно отличающейся температурой плавления. Возможно ли, что для данного сплава просто не были оптимизированы параметры плазменного центробежного распыления?

3. При определении среднего размера частиц порошка автор оперирует величиной $D[4;3]$, мкм. Чем вызвано применение этой характеристики вместо привычного среднего арифметического размера частиц?

4. В автореферате отсутствует информация о методиках измерения текучести, насыпной плотности и пористости полученных гранул. При этом для характеристики насыпной плотности используется негостированная величина «относительная насыпная плотность».

5. Из текста диссертации не ясно, какова роль газовых примесей в исследуемых сплавах и каковы требования к ним для данного класса материалов.

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

Заключение

В целом диссертационная работа Сентюриной Ж.А. представляет собой законченное исследование, содержащее решение важной практической задачи в области порошковой металлургии по получению порошковых материалов на интерметаллидной основе для аддитивных технологий.

Автореферат соответствует содержанию диссертации. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 8 научно-технических конференциях международного уровня и отражены в 4-х статьях, опубликованных в рецензируемых журналах из перечня ВАК.

Диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013

г. № 842, и соответствует специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы», а ее автор Сентюрина Жанна Александровна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по этой специальности.

Отзыв принят на расширенном заседании кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» и Инженерного центра СВС Самарского государственного технического университета по результатам обсуждения диссертации Сентюриной Ж.А. 14 ноября 2016 года, протокол № 4.

Зав. кафедрой «Металловедение,
порошковая металлургия, наноматериалы»,
директор Инженерного центра СВС Самарского
государственного технического университета
д.ф.-м.н., профессор

Амосов Александр Петрович

Телефон: (846) 242-28-89.

E-mail: egundor@yandex.ru.

Ученый секретарь кафедры «Металловедение,
порошковая металлургия, наноматериалы» Самарского
государственного технического университета
к.т.н., доцент

Кузнец Елена Анатольевна

Телефон: (846) 242-28-89.

E-mail: elenakuznets@mail.ru.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Самарский государственный технический университет» (ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

Адрес: 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244