

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

доктора технических наук, доцента Барышева Евгения Евгеньевича на диссертацию Попковой Дарьи Сергеевны «Особенности выделения интерметаллидных фаз в сплавах аустенитного класса, стойких в расплавах солей», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы исследования. В атомной промышленности для получения особо чистых материалов деталей реакторов применяют химические установки ректификационного разделения, использующие при работе расплавы ионных жидкостей, которые функционируют в широком диапазоне температур от 300 до 650 °С.

Срок эксплуатации материала конструкции установки в агрессивной среде солевых расплавов определяется общей скоростью и характером коррозии. Необходимо, чтобы коррозия была равномерной сплошной, т.к. любая локализация приведет к ускоренному разрушению конструкции.

Особенности коррозии в ионных жидкостях заключаются в том, что:

- теория пассивации, разработанная для кислородсодержащих сред не применима, более того наличие кислорода в коррозионной среде в этом случае наоборот ускоряет процессы разрушения;
- необходимо учитывать изменения фазового и структурного состояния материала конструкций, которые происходят при повышенных температурах и длительных выдержках.

В соответствии с вышеизложенным, выполненный научно обоснованный выбор составов конструкционных материалов для работы в ионных жидкостях при повышенных температурах (300...650 °С), а также изучение влияния параметров термической обработки а также методов аддитивного производства на формирование комплекса физико-механических свойств материалов для атомной промышленности, является важной и актуальной задачей.

Структура и основное содержание работы. Диссертация Попковой Д.С. изложена на 150 страницах и состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы из 145 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационного исследования, описана степень его разработанности, сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость, основные положения, выносимы на защиту, степень достоверности и апробация результатов, отмечен личный вклад автора.

Первая глава представляет собой обзор литературы по теме работы, в котором рассмотрены основы коррозионного поведения сталей и сплавов в ионных расплавах, проанализировано влияние различных факторов на коррозионную стойкость сплавов аустенитного класса на основе никеля и железа и рассмотрена возможность управления структурными факторами с помощью различных обработок.

Во второй главе Д.С. Попова описывает составы исследуемых сплавов на основе железа и никеля, приводит режимы аддитивных методов получения материалов, подробно описывает режимы термической обработки после различных видов обработки. В главе также представлено описание методик электронно-микроскопического анализа для исследования тонкой структуры сплавов и качественного фазового анализа, приведены методики изучения физических свойств исследованных сплавов и оценки коррозионной стойкости сплава 316L.

В третьей главе изучено влияние параметров аддитивного производства на совершенство текстуры аустенита, кинетику и морфологию выделения интерметаллидных фаз и коррозионную стойкость. Автор обнаружил корреляцию доли χ -фазы в отожженной (при температуре 700 °С в течение 100 часов) стали 316L, полученной аддитивным методом. Установлены параметры режима, позволяющего получить минимальное содержание χ -фазы – 2,5. Показано, что характер коррозионного разрушения стали 316L в ходе выдержки в эквимольной смеси KCl-NaCl при температуре

750 °С – сплошной и равномерный. При этом скорость коррозии у образцов из сплава 316L, полученных методом ЭЛС ниже, чем у аналогичных сплавов, полученных традиционным способом. В сплаве Inconel 718, полученном СЛС методом, формируется текстура кристаллизации с преимущественной ориентировкой типа $\{100\} \langle 001 \rangle$. Самая совершенная текстура получена в образце, выращенном по режиму ЭЛС, с параметрами: ток пучка 10 мА, скорость сканирования 600 мм/с, напряжение 60 кВ, толщина слоя 50 мкм, плотность энергии 1.0 Дж/мм. Установлено, что в изломе образца траектория распространения магистральной трещины контролируется планарными скоплениями интерметаллидов – δ -фазы, вызванными технологическими особенностями процесса ЭЛС. При увеличении плотности энергии, воздействующей на слой порошка в процессе электронно-лучевого спекания, от 0,25 до 1,0 Дж/мм площадь проекции ямок на плоскость съемки уменьшается от 33 до 25 мкм².

В четвертой главе Д.С. Попкова изучила влияние химического состава и режимов обработки на структурно-фазовые характеристики сплавов системы Ni-Cr-Mo. Расчетными методами она установила, что в исследованной группе Ni-Cr-Mo сплавов, с точки зрения сбалансированности химического состава, максимально возможной устойчивостью аустенита к выделению ТПУ-фаз обладает новый отечественный сплав ХН62М. Установлены закономерности формирования фазового состава сплава ХН62М при старении. Из аустенитной матрицы в интервале температур 600...950 °С выделяется σ -фаза, а в интервале 500...600 °С – упорядоченная Ni₂(Cr,Mo)-фаза. В промышленном сплаве Hastelloy C4, склонном к образованию интерметаллидных ТПУ-фаз, после отжига в интервале температур 600...950 °С основной является σ -фаза, а не Р –фаза, как считалось ранее. Построены с-образные диаграммы выделения интерметаллидных ТПУ-фаз для сплавов ХН62М и Hastelloy C4. Минимальная устойчивость сплава Hastelloy C4 составляет 15 минут при температуре 900 °С, а нового отечественного сплава ХН62М – 120 мин при температуре 750 °С. При

изучении кинетика процессов дальнего упорядочения установлено, что минимальный инкубационный период выделения упорядоченной фазы $Ni_2(Cr,Mo)$ в сплаве ХН62М при температуре 550 °С составляет 5 часов. Показано, что предварительная холодная пластическая деформация с $\epsilon=0,4 - 1,0$ сплава ХН62М понижает минимальный инкубационный период при температуре 850 °С в 2 – 8 раз. Применение высокотемпературной обработки расплава увеличивает устойчивость аустенита литого сплава ХН62М к выделению упорядоченной фазы $Ni_2(Cr,Mo)$ на порядок.

Пятая глава посвящена изучению влияния структурно-фазового состояния на физико-механические свойства сплавов системы Ni-Cr-Mo. Автором показано, что на температурных зависимостях удельного электросопротивления, теплоемкости, удлинения и коэффициента линейного расширения в области температур 580-620 °С обнаружены аномалии, по-видимому связанные с разрушением ближнего порядка в сплавах Ni-Cr-Mo. При изучении механических свойств сплава Hastelloy С4 после длительного отжига при температурах 550-600 °С установлено увеличение прочностных характеристик на 15-35 % в зависимости от температуры отжига при некотором снижении пластических свойств с 54 до 35 %, что связано с увеличением количества упорядоченной фазы $Ni_2(Cr,Mo)$.

В заключении приведены основные выводы по диссертационной работе.

Достоверность и обоснованность положений и выводов диссертации не вызывает сомнений, так как они получены с применением современных взаимодополняющих методов исследования структуры, фазового состава, физических и механических свойств и выполнены на современном оборудовании, Результаты и выводы хорошо согласуются с имеющимися литературными данными. Результаты исследования представлялись на 9 международных и всероссийских конференциях и опубликованы в 4 статьях в рецензированных научных изданиях из Перечня ВАК РФ и Аттестационного совета УрФУ

Научная новизна работы заключается в том, что впервые получены данные по структуро- и фазообразованию упорядоченных и ТПУ-фаз в широком диапазоне температур в коррозионностойком сплаве аустенитного класса ХН62М. Автором уточнены данные о фазовом составе сплава Hastelloy С4, склонном к образованию интерметаллидных ТПУ-фаз, после длительной выдержки в интервале температур 600...800 °С; доказано, что основной ТПУ-фазой является σ -фаза, а не как считалось ранее, Р -фаза. Показано, что применение аддитивных технологий позволяет управлять кинетикой зарождения частиц интерметаллидов.

Практическая значимость работы заключается в оптимизации технологических режимов термической обработки и аддитивного производства продукции из коррозионностойких сплавов на основе железа и никеля. Показано, что эксплуатация сплава Hastelloy С4 при температуре 600 °С в течение 512 ч, приводит к увеличению прочностных характеристик на 30% при сохранении пластичности на уровне ($\delta = 35\%$, $\psi = 33-37\%$), что связано с увеличением объемной доли упорядоченной $Ni_2(Cr, Mo)$ фазы. Установлены взаимосвязи физических и теплофизических свойств с фазовым составом сплавов Hastelloy С4 и ХН62М, что может использоваться в дальнейшем при проектировании деталей и узлов агрегатов химического машиностроения. Предложены параметры режима СЛС, позволяющего получить в стали 316L оптимальную структуру и повышенную коррозионную стойкость.

Замечания по диссертационной работе Попковой Д.С.

1. Во второй главе автор описывает новые аддитивные технологии: получение изученных сплавов методами СЛП и ЭЛС, приводит режимы получения образцов для исследований. Но не указывает фракционный состав исходного порошка и размеры полученных образцов.
2. В главе 2 описана методика проведения испытаний материала на коррозионную стойкость в расплавах солей, но нет информации, как

оценивалась коррозионная стойкость стали 316L, результаты которой приведены в табл.3.1 диссертации. Кроме этого сложно сравнивать структуру стали, полученной разными методами, после коррозионных испытаний, так как изображения получены при разных увеличениях.

3. При изучении влияния высокотемпературной обработки расплава сплава ХН62М автор утверждает о наличии аномалий на политермах кинематической вязкости, но никак не отмечает их на рис. 4.25. Кроме того не рассмотрен вопрос о влиянии исходной структуры сплава на значения его вязкости (значения при температуре, на пример, 1500 °С различаются с 6 до 8 единиц при нагреве и с 6,4 до 8,2 единиц при охлаждении).

4. Выводы о результатах изучения влияния высокотемпературной обработки на устойчивость аустенита, приведенных в работе, на мой взгляд некорректны, так как сравнивается исходный деформированный металл и полученный литой. Следовало бы сравнивать литые образцы, выплавленные с применением высокотемпературной обработки и без нее.

5. Следует отметить наличие небрежности в оформлении работы: разрывы рисунков на разных страницах, значительного количества опечаток.

Заключение по работе. Диссертация Попковой Дарьи Сергеевны на тему «Особенности выделения интерметаллидных фаз в сплавах аустенитного класса, стойких в расплавах солей», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком уровне. Достижение поставленной в диссертационном исследовании цели сопряжено с решением целого комплекса задач, имеющих теоретическое и прикладное значение. В результате проведенной работы диссертантом установлено влияние химического состава сплавов системы Ni-Cr-Mo, полученных методом аддитивного производства, режимов деформационной и термической обработок на их структуру, фазовый состав и кинетику и морфологию выделения интерметаллидных фаз.

Диссертация и автореферат соответствуют пунктам Паспорта специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов. Автореферат диссертации Д.С. Попковой полностью соответствует тексту диссертации, отражает ее основное содержание, имеет логически грамотное построение и последовательность изложения результатов исследования.

По результатам диссертационного исследования автором опубликовано достаточное количество научных работ. Диссертационная работа удовлетворяет требованиям п.9, Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

Считаю, что Попкова Дарья Сергеевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент:

Доктор технических наук, доцент,
ФГАОУ ВО «Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина», г. Екатеринбург,
заведующий кафедрой безопасности
жизнедеятельности

Барышев Евгений Евгеньевич

Контактная информация:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина»

620062, Уральский федеральный округ, Свердловская область, г.
Екатеринбург, ул. Мира, д. 19, +7 (343) 375-44-44

Адрес электронной почты: e.e.baryshev@urfu.ru

« 9 » декабря 2024 г.

ПОДПИСЬ
ЗАВЕРЯЮ.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ УрФУ
МОРОЗОВА В.А.

