

## Отзыв официального оппонента

на диссертационную работу Аллы Игоревны Логачевой

«Комплексная технология изготовления тонкостенных элементов методом порошковой металлургии для производства деталей из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля для изделий ракетно-космической техники» на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16. 06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Интерес к гранульным технологиям – получению гранул распылением жидкого металлического расплава, возник и стал быстро усиливаться в 70-х годах прошлого столетия в связи с развитием новых технологий производства изделий из быстрорежущих сталей. Эти стали содержат значительное количество вольфрама и молибдена и, вследствие этого, склонны к ликвации при обычной кристаллизации слитков. Из-за неоднородности получаемой структуры механические свойства стали снижаются. При получении гранул распылением расплава, благодаря малым размерам получаемых частиц (диаметр менее 1 мм), скорость кристаллизации становится очень высокой и однородность структуры гранул – микрослитков возрастает. Эта технология позволила существенно улучшить режущие свойства сталей и удешевить их стоимость за счет снижения содержания дорогих легирующих элементов. Уже с 80-х годов это - основная технология производства изделий из быстрорежущей стали во всем мире. В последующие годы ее применение расширилось и на другие и не только металлические материалы.

В начале 2000-х годов интерес к гранульной технологии резко возрос в связи с развитием аддитивных технологий изготовления изделий сложной формы из различных металлических сплавов и, особенно, из жаропрочных сплавов на основе никеля, титана и других тугоплавких металлов. Однако, для применения гранул в аддитивных технологиях, таких как горячее

изостатическое прессование, лазерное, электронно-лучевое или плазменное сплавление, требования к размерам, форме и внутренней структуры гранул гораздо более жесткие, чем, например, для технологии быстрорежущей стали. Главными из них являются: гранула должна иметь сферическую форму, иметь однородную структуру, не содержать внутренних полостей, размер гранул должен находиться для разных сплавов в интервале от 20 до 250 мкм с минимальной дисперсией.

Диссертационная работа Аллы Игоревны Логачевой посвящена решению комплексной задачи применения аддитивной гранульной технологии в изготовлении изделий сложной формы для изделий ракетно-космической техники из жаропрочных сплавов на основе никеля и титана. Она включает создание нового или усовершенствованного оборудования для получения гранул, разработку технологии получения гранул, технологии изготовления изделий сложной формы, создание и внедрение комплексных промышленных технологий изготовления изделий. По своему содержанию она находится на самом современном научном и техническом уровне и, в свете вышеизложенного, является исключительно актуальной.

Содержание диссертации изложено на 374 страницах, включая выводы и список используемых источников (153), и приложений - 32 стр. Материалы диссертации опубликованы в 29 статьях в журналах (23 из перечня ВАК), доложены на 7 конференциях, содержатся в 14 патентах на изобретения, в автореферате и диссертации А.И. Логачевой на соискание ученой степени кандидата технических наук. Структурно диссертация содержит Введение, 8 глав, Выводы, Список используемых источников и Приложения.

Во Введении представлены основные структурные характеристики диссертации.

Первая глава посвящена анализу основных существующих технологий получения гранул многокомпонентных сплавов, характеристик получаемых гранул (порошков), опыта применения в аддитивных технологиях и получаемых при этом преимуществах. На основе анализа имеющегося в РФ

оборудование для получения гранул формулируется первоочередная задача: создание установки центробежного распыления (УЦР) нового поколения для получения гранул металлических сплавов, в том числе с интерметаллидным упрочнением, с высоким выходом фракции менее 105 мкм.

Решению этой первоочередной задачи посвящено содержание главы 2 диссертации. Автором диссертации проведен тщательный анализ отечественного опыта производства гранул на установках УЦР, проанализированы механизмы загрязнения гранул неметаллическими включениями, кислородом атмосферы и методы, позволяющие снизить уровень этих загрязнений путем специальных обработок стенок камеры, уменьшения размера получаемых гранул и специальной дегазационной обработки их поверхности перед капсулированием, а также специальных методов очистки плазмообразующих газов. Этот анализ, а также проведенные эксперименты по исследованию влияния вольт-амперных характеристик плазмы на размеры и фракционный состав получаемых гранул, позволили определить напряжения и ток плазмы, обеспечивающие получение гранул диаметром менее 100 мкм из никелевых и менее 200 мкм из титановых сплавов, стали основой для модернизации конструкции установки. Автором был проведен расчет тепловых потоков с целью определения необходимой мощности теплообмена оснастки охлаждения газовой смеси, расчет вакуумной системы установки и алгоритм ее работы, разработана конструкторская документация на все основные узлы установки. Новая установка получила название УЦРТ-9.

На установке были изготовлены опытные партии гранул сплавов на основе никеля и титана. Проведено исследование фракционного состава гранул, исследована их структура и химический состав, прочностные характеристики. Определены оптимальные условия получения гранул диаметром ниже 100 мкм для никелевых сплавов и менее 250 мкм для титановых сплавов. Очень важное место в производстве гранул отведено

автором при разработке новых технологических процессов методам и технологии контроля качества получаемых порошков

В результате были разработаны и оформлены соответствующим образом технологические процессы производства гранул из никелевых и титановых сплавов. Выпущены опытные партии гранул весом 50 кг каждая из двух никелевых и одного титанового сплава. Показано, что содержание кислорода в получаемых гранулах ниже, чем требуют технические условия.

Глава 3 посвящена разработке составов новых жаропрочных сплавов на никелевой и титановой основе, изделия из которых будет производиться по гранульной технологии. Специфика этих сплавов должна учитывать особую роль границ зерен в процессе высокотемпературной ползучести как каналов диффузии, способствующих релаксации напряжений на границах зерен и раздела фаз за счет активации процесса переползания дислокаций и межзеренного проскальзывания. Сплавы получаемые по гранульной технологии имеют размер зерен в десять и более раз меньший, чем те же сплавы, получаемые по обычной плавильной технологии. Соответственно, их межзеренная поверхность в сотни раз больше, чем у получаемых по обычной плавильной технологии. В связи с этим, автор диссертации совершенно справедливо ставит задачу об укреплении границ зерен в сплавах, получаемых по гранульной технологии и предлагает решить эту проблему за счет специального легирования компонентами, которые с одной стороны имеют склонность к сегрегированию на границах зерен, а с другой стороны повышают их когезивную прочность. Для решения этой задачи автором использовано определение парциальной энергии когезии границ зерен при легировании различными элементами первопринципным методом расчета электронной структуры, основанном на теории функционала электронной плотности. Таким образом автором было показано, что повышению когезии границ зерен в сплавах на основе никеля способствует легирование гафнием, цирконием, ниобием, танталом и бором. В титановых сплавах такой эффект дает легирование вольфрамом, цирконием и гафнием. Эти данные

позволили разработать составы новых жаропрочных сплавов на основе никеля (НГК-6) и титана (СТУ6У) для гранульных технологий.

Главы 4, 5, 6 и 8 посвящены решению практических задач изготовления замковых устройств из гранул сплава Ni-Ti с памятью формы (глава 4), трубчатой тонкостенной конструкции из гранул сплава ВТ14 (глава 5), камер сгорания из гранул из никелевого сплава ИНГК5 (разработан при участии диссертанта) (Глава 6) и тонкостенных бесшовных баков из гранул сплава ВТ23 и лейнеров из гранул сплава ВТ6 (Глава 8). Во всех перечисленных разделах диссертации технические и технологические решения опирались на результаты проведенных экспериментов по сравнению структуры, механических и функциональных свойств образцов, получаемых по обычной технологии (выплавка слитков, экструзия) и разрабатываемой (гранулы, ГИП, винтовая прокатка) (Глава 4) или сложные расчеты механической прочности создаваемых конструкций (Глава 5) и полых бесшовных изделий (Глава 8). Во всех перечисленных разделах разработана полная техническая и технологическая документация, детально описывающая все технические особенности конструкции изделий, все этапы технологического процесса, начиная с выплавки исходных слитков и заканчивая контролем качества получаемых изделий. Во всех случаях изготовлены опытные партии изделий.

Особый интерес представляют результаты, представленные в Главе 7, посвященной исследованию влияния механической активации гранул никелевого сплава в чистом виде, в присутствии порошка графита на структуру, дисперсность получаемых порошков и механические свойства компактов изготовленных ГИПом при температурах 1100 и 1200 °С. Показано, что в обоих случаях после размолла гранул в них формируется блоковая структура с размером блоков никелевой матрицы менее 15 нм. Однако после ГИПа при 1200 °С эта субструктура сохраняется только в сплаве, размолотом с графитом. Для сравнения были изготовлены порошки того же состава (содержащего углерод) методом механического синтеза из элементов. По дисперсности структуры после ГИПа они оказались близки к

образцам, гранулы которых активированы в присутствии углерода. Но твердость этого сплава оказалась почти в два раза выше, поскольку в процессе синтеза произошло связывание углерода в карбидные частицы. Выделения карбидных частиц на субграницах в сплаве, гранулы которого активированы в присутствии графита открывает новые возможности по созданию сплавов со стабильной при высоких температурах мелкозернистой структурой. Это очень перспективное направление в создании новых жаропрочных сплавов.

Все перечисленные выше результаты являются новыми, как и научные и технологические подходы к их получению. Достоверность и обоснованность каждого научного положения, выводов и рекомендаций соискателя подтверждаются полученными диссертантом экспериментальными данными, их реализацией в конкретных опытных партиях получаемых сплавов и изделий из них, результатами испытаний изделий.

Результаты, полученные соискателем и представленные в диссертации, сделанные выводы и рекомендации имеют высокую научную и практическую значимость. Они открывают новые технологические направления в создании жаропрочных сплавов и изделий для ракетной и авиационной техники.

Результаты диссертации полностью опубликованы в 29 статьях, автореферате и диссертации А.И. Логачевой на соискание ученой степени кандидата технических наук, 7 докладах на отечественных и международных конференциях, в 14 патентах на изобретения РФ. Автореферат диссертации соответствует содержанию диссертации.

Есть несколько замечаний по тексту диссертации. Часть из них касается оформления диссертации. Так в списке источников к Введению нет работ 15, 16 и 17, на которые есть ссылки в тексте, в таблице 1.1 объем порошка измеряется в мм<sup>2</sup>, подрисовочные подписи не всегда достаточно

информативны – рис 7.6, 7.7; некоторые рисунки: 5.6, 5.7, 5.8, 7.17 и др недостаточно качественны.

Есть замечания и по содержательной части.

Во Введении на стр. 5 автор справедливо утверждает что в основе высокой жаропрочности никелевых сплавов является принцип гетерофазности структуры. В структуре этих сплавов должны присутствовать прочные фазы, несущие нагрузку, и менее прочные, вязкие, дающие возможность релаксации напряжений и тормозящие развитие трещин. Нужно сказать, что этот принцип относится не только к жаропрочным сплавам. В тоже время на следующей странице при обсуждении роли границ зерен высказывается предположение о том что упрочнение границ зерен позволяет приблизится к решению проблемы создания сплавов с равнопрочными элементами структуры. Это неверно в принципе. Граница зерна не является самостоятельным объектом структуры. Ее прочность – это прочность связи между атомами по обе ее стороны. А ее сопротивление деформации определяется только свойствами зерен, которые она разделяет. Если сплав однофазный, то главной характеристикой упрочнения границей является кристаллографическая разориентировка зерен. Точно также будут формироваться свойства сплавов с равнопрочными элементами структуры.

Необходимо заметить, что в основе всей работы над диссертацией диссертант использовала в качестве основной идеи принцип гетерофазности. В начале Главы 2 не достаточно убедительно обоснована связь размеров гранул и размеров неметаллических частиц, загрязняющих гранулы.

Сделанные замечания не снижают высокой оценки диссертационной работы. Диссертационная работа Аллы Игоревны Логачевой посвящена разработке новых научно обоснованных технологических, технических и конструкционных решений, направленных на создание новых жаропрочных сплавов для ракетно-космических и авиационных приложений, технологий

их производства и создания изделий из них. Она вносит огромный вклад в развитие страны и, особенно, в ее оборонную отрасль.

Диссертационная работа А.И. Логачевой «Комплексная технология изготовления тонкостенных элементов методом порошковой металлургии для производства деталей из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля для изделий ракетно-космической техники» соответствует критериям, установленным Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 №842 «О порядке присуждения ученых степеней» к диссертациям на соискание ученой степени доктора технических наук, а ее автор - Логачева Алла Игоревна заслуживает присуждения ей ученой степени доктора технических наук по специальности 05-16-06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы»,

Официальный оппонент

Д.т.н., член-кор. РАН

М.И. Карпов

Карпов Михаил Иванович  
Профессор, д.т.н.  
Член-корреспондент РАН  
Зав. лаб. ИФТТ РАН  
142432 г. Черноголовка Моск. обл.,  
Ул. Академика Осипьяна, д.2  
Тел. 496 5222061  
Моб. 9166735742  
e-mail [karpov@issp.ac.ru](mailto:karpov@issp.ac.ru)

Подпись М.И. Карпова удостоверяю

Ученый секретарь ИФТТ РАН

Д.ф.-м.н.



Г.Е. Абросимова