

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертацию Гавриловой Татьяны Олеговны

«Совершенствование технологии получения азотированных хромистых СВС-лигатур для специальных сталей и сплавов для аддитивного производства»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов

Актуальность темы исследования

Актуальность темы исследования обусловлена возрастающим интересом ученых и инженеров к проблемам вовлечения аддитивных технологий в производство функциональных металлоизделий методами 3D печати. В настоящее время барьеры, препятствующие внедрению аддитивных технологий, снимаются, и в связи с этим, требуется оценить возможности применения данных технологий для изделий из специальных сталей.

В тоже время растет интерес к нитридам металлов, обладающих уникальными физико-химическими свойствами, такими как тугоплавкость, износостойкость, стойкость к коррозии и др. Нитриды хрома являются одними из самых стойких к окислению. Однако, из-за сравнительно низкого теплового эффекта образования, СВ-синтез данного продукта затруднен и требует совершенствования технологического процесса.

Объем, структура и содержание диссертации

Диссертация изложена на 123 страницах, содержит 21 таблицу, 52 рисунка, 3 приложения. Она состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 121 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационного исследования, т.к. разработка азотсодержащих лигатур для специальных сталей, в т.ч. для аддитивных технологий обусловлена современными тенденциями в металлургии. Сформулированы цель и задачи работы, представлены ее научная новизна и практическая значимость, даны сведения об используемых в работе методах исследования, приведены положения, выносимые на защиту, показан личный вклад автора, представлены сведения, подтверждающие достоверность и апробацию полученных результатов.

В первой главе «Классификация специальных сталей и способы улучшения их свойств при азотировании» проведен анализ современных подходов к классификации специальных сталей, на его основе предложена классификация легирующих элементов по степени дефицитности в РФ и классификация сталей по специальным свойствам.

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО В ОТДЕЛЕ ДЕЛОПРОИЗВОДСТВА ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И.Носова»	
за № _____	_____
Дата регистрации _____	02.04.2025
Фамилия регистратора _____	_____

Уделено особое внимание прецизионным сталям с высокоточным химическим составом, обеспечивающим строго определенные, в том числе уникальные, физико-механические свойства. В диссертационной работе проведен подробный анализ азотистых сталей, показана возможность замены дорогостоящих дефицитных легирующих материалов на дешевые компоненты без потери специальных свойств. В современных условиях азотистые стали являются альтернативой дорогостоящих сталей и сплавов с молибденом и никелем.

Проанализированы технологические особенности легирования сталей азотом, показаны преимущества применения азотированных СВС-лигатур при выплавке сталей. Охарактеризованы особенности применения порошковой металлургии в аддитивных технологиях.

Во второй главе «Особенности технологии производства азотированных хромистых материалов СВС методом» рассмотрены особенности технологии СВ-синтеза азотированных хромистых материалов, что позволяет получать высоконасыщенный азотированный хром и феррохром с высоким содержанием азота при низких энергозатратах. Получаемый продукт благодаря композиционной структуре быстро растворяется в стальном расплаве, тем самым обеспечивает высокую степень усвояемости азота.

Для проведения экспериментальных исследований был разработан специальный лабораторный реактор, в котором имеется возможность осуществления процесса в режиме спутного горения с предварительным подогревом реагирующего/инертного газа и/или образца с шихтой.

В ходе исследований получена зависимость линейной скорости горения от давления азота, предложены формулы для определения массовой скорости твердофазного горения хрома и феррохрома при повышенном давлении азота, обобщена зависимость растворимости азота в твердом хrome от температуры в интервале $1000\div 1500^{\circ}\text{C}$. Показано, что за счет высокого давления до $5\div 10$ МПа увеличивается концентрация азота в сплавах.

На основе проведенных исследований усовершенствована технология производства азотированных лигатур для спецсталей СВС-методом. Разработана технологическая карта СВС-технологии получения нитридов хрома и феррохрома, которая позволяет исключить возможность окисления материала и получить плотную лигатуру с высоким содержанием азота. Реализация СВС-процесса с подогревом азота до 350°C при применении мелкодисперсной фракции $0\div 63$ мкм порошка хрома металлического (ПХМ), позволяет получить в результате нитрид хрома особой чистоты с содержанием азота до 15%.

В третьей главе «СВ-синтез азотированного хрома особой чистоты для специальных сталей» рассмотрены особенности СВ-синтеза азотированного хрома особой чистоты для специальных сталей, который с помощью подбора технологических параметров проведения высокотемпературного синтеза

позволяет обеспечить высокую точность химического состава синтезируемых лигатур. Исследованы закономерности формирования инверсной волны горения хрома в спутном потоке азотно-аргонной смеси с образованием нитрида азота Cr_2N при расходе газа $12 \text{ см}^3/\text{с}\cdot\text{см}^2$, скорость горения составляет $1,3 \text{ мм/с}$.

В результате экспериментов показана возможность получения на базе СВС-технологии азотированного хрома требуемых составов, определены требования к исходным компонентам и технологические параметры СВ-синтеза для промышленного производства азотированного хрома в спутном потоке, доказана возможность получения на базе СВС-технологии порошка азотированного хрома заданного состава и особой чистоты с концентрацией азота $15,2\%$ в нитриде хрома.

В четвертой главе «Экспериментальные исследования получения металлоизделий с помощью аддитивных технологий» описаны технологические особенности аддитивного производства, описаны и проанализированы методы порошковой металлургии для производства металлических порошков, применяемых для 3D печати металлоизделий, рассмотрены основные аддитивные технологии, применяемые в металлургии, описаны их принципиальные отличия, приведены результаты экспериментальных исследований получения металлоизделий с помощью аддитивных технологий. Доказана возможность использования порошка марки ПР-АН55Х45 в аддитивном производстве изделий методом прямого лазерного выращивания, определены оптимальные параметры 3D печати металлоизделий.

Научная новизна полученных результатов

Впервые исследован процесс спутного горения порошков алюмотермического хрома и феррохрома в токе азота с его предварительным подогревом. Показано, что при одинаковом расходе реагирующего газа повышение его начальной температуры до $300\text{-}600 \text{ }^\circ\text{C}$ приводит к увеличению температуры СВС-процесса на $230\text{-}380^\circ\text{C}$, что в свою очередь положительно влияет на концентрацию в продуктах вредных примесей: S, C, O и др.

Предложены формулы для определения массовой скорости твердофазного горения хрома и феррохрома при повышенном давлении азота.

Получена зависимость линейной скорости горения от давления азота в диапазоне от 1 до 10 МПа.

Математически описана зависимость растворимости азота в твердом хrome от температуры в интервале $1000\text{-}1450^\circ\text{C}$. Доказана необходимость повышения давления при СВС-процессе до $8\text{-}9 \text{ МПа}$.

Установлена и математически описана зависимость влияния давления азота на степень азотирования хрома и феррохрома в СВС-реакторе.

Практическая значимость работы

В результате проведенных экспериментов показана возможность получения на базе СВС-технологии азотированного хрома и феррохрома особой чистоты и точного состава; определены требования к основным параметрам СВ-синтеза для промышленного производства азотированного хрома в спутном потоке азота; разработана технологическая карта производства азотированного хрома и феррохрома; разработан усовершенствованный лабораторный СВС-реактор, обеспечивающий более широкий диапазон исследований; доказана практическая целесообразность введения азота в сталь для снижения доли дорогостоящих легирующих элементов; доказана возможность получения плотных деталей с применением 3D-печати металлом по аддитивной технологии; разработана СВС-технология получения композиционных порошков азотированного хрома для применения в аддитивных технологиях и выплавки азотистых сталей. Полученные результаты исследования на данный момент внедрены в ООО «НТПФ «Эталон» г. Магнитогорска, ООО «Кристалл» г. Магнитогорска, что подтверждено соответствующими актами.

Достоверность и степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации

Выносимые на защиту научные положения являются достоверными и обоснованными, что подтверждается использованием современных эмпирических и теоретических методов исследований, применением методов математической статистики с использованием современных статистических программных пакетов при обработке данных. Достоверность проведенных исследований реализована за счет применения обоснованного выбора методов изучения СВС-лигатур с использованием сертифицированных приборов и статистических методик обработки данных, большим объемом экспериментальных исследований и положительными результатами промышленной апробации аддитивной технологии получения металлоизделий.

Замечания и вопросы по диссертации

1. В конце работы целесообразно было отдельно выделить список используемых в работе сокращений.

2. В автореферате (стр. 6) формулировка требует пояснения. «При избыточном введении азота в сплав могут значительно измениться структура и свойства стали. Удаление излишнего азота является энергозатратным и труднореализуемым процессом, позволяющим регулировать содержание N% только в сторону увеличения в микродозах.». Удаление азота приводит к увеличению N% в микродозах. Что имеется ввиду?

3. В тексте говорится (стр. 7 автореферата), что «для обеспечения полной диссоциации и молекулярного переноса азота в аустенит необходимо использовать азотсодержащие лигатуры высокого качества со строго нормируемым химическим и гранулометрическим составом, минимальным

количеством примесей.». Нужно уточнить, какие именно примеси могут помешать обеспечению полной диссоциации и молекулярному переносу азота?

4. В автореферате говорится, что использование азотированных СВС-лигатур при выплавке металла позволяет решить ряд технологических проблем, в том числе обеспечить максимальную растворимость азота в расплаве. Возможно, это неточная формулировка, поскольку растворимость азота в расплаве зависит от химического состава расплава, температуры, давления. Использование тех или иных материалов может влиять на эффективность азотирования или на степень усвоения азота, но не на растворимость азота в расплаве.

5. В результате работы позволяют рассчитывать на получение в структуре азотированных ферросплавов высших нитридов ванадия, марганца, хрома, кремния и, следовательно, содержание азота вблизи верхнего предела для разных ферросплавов. При этом высшие нитриды, вероятно, максимально устойчивы при взаимодействии со стальным расплавом. Насколько это оптимально – иметь состав нитрида близкий к стехиометрическому?

6. На странице 13 автореферата указано, что введение азота в состав металлического порошка азотистого никель-хромового сплава марки ПР АН55Х45 (высокая жаростойкость, высокая стойкость к окислению, способность длительной работы при температурах 1100-1200°С) позволяет повысить прочность при высокой вязкости и износостойкость сплава. Какие исследования проводились для оценки влияния технологии азотирования на прочность при высокой вязкости и на износостойкость сплава?

Заключение о соответствии диссертации установленным критериям

По теме диссертации опубликовано 11 научных трудов, из них 6 публикации – в рецензируемых журналах из перечня изданий, рекомендованных ВАК РФ, и 1 статья – в журнале, индексируемом в международных базах Scopus и Web of Science.


Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 2.6.2 Metallургия черных, цветных и редких металлов, написана хорошим, технически грамотным русским языком, выполнена в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.11-2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления» и является законченной научно-квалификационной работой. Она содержит совокупность новых результатов и положений, имеет внутреннее единство, теоретическую ценность и практическую значимость.

Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертации.

Диссертационная работа отвечает требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, согласно пп. 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней».

Ее автор, Гаврилова Татьяна Олеговна, достойна присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.2. Metallургия черных, цветных и редких металлов.

Официальный оппонент Бакин Игорь Валерьевич, ООО «Центр Исследований и Разработок «НПП» - директор, к.т.н., старший преподаватель кафедры материаловедения и физико-химия материалов, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «ЮУрГУ (НИУ)», г. Челябинск.

« 28 » мая 2025 г. 
подпись

454080, Челябинская область, г. Челябинск, Водрем 40, стр. 25.

Тел. +7 963 088 00 85

E-mail: 180@nppgroup.ru, bakiniv@susu.ru;

Я, Бакин Игорь Валерьевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой диссертации Гавриловой Татьяны Олеговны, и их дальнейшую обработку.

Подпись Бакина И.В. заверяю:

Начальник отдела кадров

