

ОТЗЫВ

Официального оппонента на диссертационную работу

Ерёминой Ксении Петровны

«Разработка и исследование жаростойких покрытий, сформированных методом электроискрового легирования из интерметаллидов», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении)

Актуальность темы диссертационной работы

Направление в развитии современного материаловедения, связанное с разработкой и совершенствованием энерго,- ресурсосберегающих технологий формирования покрытий из материалов, обеспечивающих в максимально возможной степени достижение функционального назначения деталей машин, безусловно является актуальным.

Достиженные исследователями результаты в данной области свидетельствуют о перспективности применения в технологических процессах, так называемых, источников концентрированной энергии. Высокая плотность мощности и локальный характер их воздействия и обеспечивают формирование покрытий с метастабильным структурным состоянием. Целенаправленное формирование покрытия с необходимым комплексом физико-механических характеристик, обеспечивающих требуемые эксплуатационные свойства, требует не только управления самим процессом нанесения покрытия, но и разработки перспективных составов его материала.

Для решения поставленной технологической задачи определенную привлекательность представляет процесс переноса материала от инструмента (анода) на поверхность детали (катода) в условиях искрового разряда. Температурно-временные условия нагрева и охлаждения материала покрытия, определенные термическим циклом искрового разряда, обеспечивают формирование закалочных структур.

Выбор в качестве объекта исследования жаростойких покрытий на деталях, работающих в условиях высоких температур, определил класс интерметаллидных материалов для их создания, в частности, сплавов на основе системы Ni-Al.

Актуальность подобного рода технологических задач и определила необходимость и своевременность выполнения рассматриваемой диссертационной работы целью, которой является повышение жаростойкости сталей 20X13 и 30 посредством получения жаростойких покрытий, сформированных методом электроискрового легирования из интерметаллидных сплавов.

Подтверждением актуальности данной тематики является выполнение диссертации в соответствии с планами научно-исследовательских работ ФГБУН Института материаловедения ХНЦ ДВО РАН (2013-2020 г.г.) по теме ФНИ «Новые материалы и покрытия, в том числе наноструктурные, на основе металлических, тугоплавких, оксидных систем с повышенными эксплуатационными свойствами». Номер госрегистрации АААА-А19-119011590011-7.

Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа представлена введением, основным текстом, изложенном в 4 главах и 2 приложениями. Объем работы – 153 страницы печатного текста, включая 34 рисунка, 24 таблицы, список литературы из 244 наименований.

Во введении автором дано обоснование актуальности темы диссертационной работы, сформулирована цель, обозначены задачи для ее достижения. В общем представлении работы отмечена степень разработанности темы исследования, раскрыта научная новизна, показана практическая значимость полученных результатов, сформулированы положения, выносимые на защиту, указана степень достоверности и апробация результатов диссертационной работы.

В первой главе представлен аналитический обзор состояния проблемы по получению функциональных интерметаллидных покрытий на сталях методом электроискровой обработки. В качестве объекта реализации данной технологии создания покрытия автором выбраны лопатки газотурбинных установок (ГТУ). Анализ условий их работы позволил диссертанту сформулировать требования к материалу лопаток, а задачи повышения их эксплуатационной надежности определили перспективы формирования на лопатках функциональных покрытий на основе интерметаллидных сплавов.

Изучение современных материалов для формирования покрытий позволило автору остановить свой выбор на сплавах на основе алюминидов никеля.

Повышение эксплуатационной надежности лопаток ГТУ за счет формирования функционального покрытия, направленное, в первую очередь, на сокращение расходов на основной материал в виде дорогостоящих жаростойких сплавов, определило для автора задачу выбора соответствующего метода нанесения покрытия. Из существующего на практике арсенала методов, принимая во внимание их технологичность, экономичность, ремонтпригодность сформированного покрытия и учитывая специфику выбранного материала, диссертантом отдано предпочтение электроискровому легированию (ЭИЛ). Изучение физики переноса материала от электрода к электроду в жидкой фазе подтвердило перспективность данного метода, обеспечивающего не только хорошие адгезионные свойства покрытия, но и возможность создания многослойных структур. Последнее позволяет управлять напряженно-деформированным состоянием материала в покрытии, не допуская образования и распространения трещин.

В аналитическом обзоре отмечена роль микрогеометрического состояния функциональной поверхности покрытия для рассматриваемого класса деталей. Показано, что характер движения потока жидкости или газа при обтекании пера лопатки во многом определяется шероховатостью поверхности. В связи с этим, помимо достижения требуемых физико-механических характеристик покрытия,

метод его формирования должен обеспечивать приемлемое микрогеометрическое состояние поверхности, а ее топографический анализ предполагает использование 3^х мерной оценки, что возможно на базе современного метода сканирующей интерферометрии.

Завершение аналитического обзора представлено описанием действующих при ЭИЛ механизмов как формирования структурного состояния покрытия, так создания микрогеометрии его поверхности.

Вторая глава представлена описанием методик и оборудования экспериментальных исследований. Следует отметить оригинальность нестандартных методик, в частности, для сбора и последующего исследования частиц материала, разлетающихся в процессе электроискрового разряда. Современное аналитическое оборудование, использованное для металлографических исследований, термогравиметрический анализ – для оценки жаростойкости, приборная база – для измерения шероховатости и изучения топографии поверхности позволили автору получить достоверные и качественные результаты исследований.

В третьей главе представлены результаты экспериментальных исследований процесса нанесения покрытий методом электроискрового легирования. Принимая во внимание специфику анодных материалов, пригодных для получения жаростойких покрытий, диссертантом рассмотрен ряд мероприятий для получения мелкозернистой структуры анодного материала, достижения повышенной плотности, минимизации в его структуре пор, раковин и неметаллических включений. Учитывая незначительный расход анодных материалов при формировании покрытий методом ЭИЛ, подобрано технологическое оборудование для его получения и разработана рецептура шихтовых материалов. Для разливки расплава использовался центробежный метод, обеспечивающий получение мелкозернистой структуры с минимальной дендритной неоднородностью в слитке. Диссертантом предложено 7 рецептов состава анодного материала системы Ni-Al, причем 2 из них представлены титаносодержащими тройными сплавами с добавкой нитинола NiTi. Изучение

макроструктуры полученных слитков подтвердило приемлемость используемой технологии получения анодных материалов, поскольку значительных по размеру неметаллических включений и пор обнаружено не было, а на изломе видна однородная мелкозернистая структура материала. Для микроструктурного анализа анодного материала автором использовался достаточно широкий спектр методов исследования – металлографический, рентгенофазовый, микрорентгеноспектральный, метод дифракции отраженных электронов. Для каждой из предложенных рецептур выявлен фазовый состав материала, проведена идентификация каждой фазы не только по расчетам стехиометрического состава, но и по оценкам измерения микротвердости. Полученные диссертантом результаты в достаточной степени согласуются с данными литературных источников.

Рассматривая рецептуры анодных материалов с позиций получения покрытий с достаточным уровнем пластичности, диссертантом проведена оценка фрактограмм поверхности излома анодных материалов в исходном состоянии после выплавки. По результатам фрактографического анализа признано, что рецептуры анодных материалов, обозначенные в исследованиях под № 4 и № 5, в наибольшей степени отвечают критериям выбора электродных материалов для покрытий. Отмечено, что увеличение никеля в составе анодного материала до 79 мас. % (№ 4) и 83 мас. % (№5) приводит к повышению доли вязкой составляющей в изломе, что объясняется преобладающим содержанием в структуре фазы Ni_3Al .

Исследование анодных материалов по коэффициенту массопереноса при использовании задействованных в эксперименте обеих установок электроискрового легирования было ориентировано на установление режимных параметров обработки модельных материалов. На основании данной оценки автор утверждает, что основная часть анодных материалов из предложенных рецептур может быть использована в технологии ЭИЛ.

Металлографический анализ покрытий, сформированных с помощью данного метода, подтвердил справедливость результатов по исследованию

анодных материалов. Так, анодные материалы, склонные к хрупкому разрушению и имеющие низкий коэффициент переноса материала в искровом разряде, не обеспечивают формирования сплошного покрытия достаточной толщины, а недостаточная пластичность исходного материала объясняет появление сквозных трещин в покрытии. Применение рецептур анодных материалов № 4 и № 5 обеспечивает получение покрытия толщиной до 500 мкм при значительном снижении количества трещин.

На основании ранее полученных результатов диссертантом предпринята попытка совершенствования технологии ЭИЛ за счет подогрева катода. Однако, при интерметаллидных анодных материалах это не привело к существенному повышению коэффициента массопереноса, а, следовательно, увеличению толщины, сплошности и равномерности покрытия, а также к заметному снижению количества трещин и оксидов в его составе.

На базе микрорентгеноспектрального анализа диссертантом выявлены закономерности в изменении концентрации химических элементов в покрытии. Установлено, что на границе с подложкой (катодом) в покрытии присутствует переходная зона, в которой количество химических элементов, входящих в состав материала катода, максимально, а анодного материала – минимально. За пределами этой зоны по мере удаления от границы раздела «основной металл – покрытие» количество химических элементов катода заметно снижается, а анодного материала приближается к его процентному содержанию в исходном состоянии.

Химическое и ионное травление поперечного шлифа и с поверхности показало, что интерметаллидное покрытие имеет столбчатое строение, характерное для структур, формируемых кристаллизацией из расплава. Следует отметить результаты микрорентгеноспектрального анализа по изучению элементного состава по длине образовавшихся кристаллитов как при создании однослойных, так и слоистых покрытий. Изучение фазового состава показало, что кристаллиты представляют собой интерметаллиды переменного состава $Ni_x-Al_y-Fe_z$ (катод сталь 30), которые дополнительно легированы хромом (катод

сталь 20X13). Наличие в кристаллитах химических элементов анода и катода, по мнению диссертанта, и является объяснением высокой адгезии покрытий, полученных методом ЭИЛ.

Справедливо отмечая повышенную хрупкость покрытий со столбчатой структурой, диссертант для улучшения микрогеометрического состояния поверхности покрытия, формирования остаточных сжимающих напряжений, залечивания имеющихся мест дефектов в виде пор вполне оправдано в качестве дополнительной операции использует ультразвуковое выглаживание.

Четвертая глава представлена материалами, которые завершают цикл исследований по реализации третьей задачи по оценке жаростойкости интерметаллидных покрытий. Для исключения дорогостоящих натуральных испытаний изучение жаростойкости покрытий проводилось в режиме термоциклирования, и по результатам структурно-фазовых изменений давалась оценка работоспособности того или иного анодного материала, нанесенного на стали 30 и 20X13.

На основе анализа кривых, полученных дифференциальной термографией, представлена оценка кинетики окислительных процессов в покрытии на разных этапах термоциклирования и дано описание механизмов их развития. Несмотря на различие в количественном отношении скоростей окислительных процессов для разных составов анодных материалов установлено, что нанесение интерметаллидных покрытий в десятки раз снижает интенсивность их развития. Причем снижение скорости окисления наблюдается на всех этапах термоциклирования.

В отдельных разделах главы дано описание механизмов развития окислительных процессов для разных составов анодных материалов и материалов основы. В любых вариациях нанесение покрытия приводит к повышению жаростойкости изделия, при этом наилучшие результаты отмечены для той же рецептуры (№ 4) анодного материала.

Заслуживают внимание результаты исследований, проведенных с использованием растровой электронной микроскопии, ориентированные на

фиксирование изменений структуры покрытия на этапах термического нагружения. Микрорентгеноспектральное исследование локальных оксидов позволило диссертанту предложить механизм кинетики оксидных преобразований в покрытии. Отмечена роль несплошностей и микротрещин в снижении жаростойкости покрытия.

Для увеличения сплошности покрытия, сформированного ЭИЛ, диссертантом исследован вариант его создания с организацией подслоя, в частности, с использованием никеля и меди.

Сравнительные испытания на жаростойкость образцов с покрытиями в условиях многоциклового температурного нагружения и термического удара подтвердили эффективность предлагаемых в диссертационной работе решений.

В заключении диссертационной работы отражены основные результаты экспериментальных исследований и их реализации в производственных условиях.

В приложениях представлены акты промышленных испытаний турбинных лопаток с покрытиями на АО «Дальэнергомаш» и внедрения результатов диссертационной работы в учебный процесс ФГБОУ ВО «Тихоокеанский государственный университет».

Научная новизна диссертационной работы

1. Электроискровые покрытия, сформированные сплавами на основе алюминидов никеля (NiAl , Ni_3Al) на сталях (20X13 и 30), представлены столбчатыми кристаллитами преимущественно системы $\text{Ni}_x\text{-Al}_y\text{-Fe}_z$, содержание компонентов катода (Fe, Cr при использовании стали 20X13) в которых увеличивается от поверхности покрытия к катоду, а концентрация компонентов анода (Ni, Al) напротив – уменьшается.

2. Обосновано использование полученных интерметаллидных сплавов на основе NiAl или Ni_3Al для формирования покрытий методом ЭИЛ на сталях (30 и 20X13), которые позволяют повысить жаростойкость до 1,5 и 3-х раз соответственно в условиях термоциклирования (12 циклов с нагревом до 900°

С). Полученные покрытия (на основе NiAl) с подслоем из Cu на сталях (30 и 20X13) увеличивают жаростойкость более 2-х и 3,5 раз соответственно.

3. Выявлены закономерности формирования структуры и распределения элементов (Ni, Al, Fe, Cr, Cu) в покрытиях и подслое после термоциклирования в зависимости от состава анода (NiAl, Ni₃Al) и катода (стали 20X13 и 30), от материала подслоя (Ni, Cu) и параметров электроискровой установки.

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы

Достоверность результатов, представленных в диссертационной работе, подтверждается использованием научно обоснованных подходов в теоретическом и экспериментальном исследованиях, основанных на положениях материаловедения, электрофизических методов обработки, а также применением современных методик физических измерений, сертифицированного аналитического оборудования, средств вычислительной техники и программного обеспечения. Соблюдение контролируемости условий проведения эксперимента обеспечило хорошую воспроизводимость его результатов. Полученные автором результаты вполне согласуются с литературными данными отечественных и зарубежных исследователей.

Материалы диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах, конкурсах, на конференциях различного уровня. Основное содержание диссертации изложено в 29 публикациях, из них – 5 статей в рецензируемых изданиях из перечня ВАК РФ, 2 статьи в рецензируемых изданиях наукометрической базы Scopus.

Практическая значимость работы

1. Разработана технология по получению литых интерметаллидных сплавов, которые имеют минимальное количество пор, однородное и мелкозернистое строение. Данные сплавы использованы в качестве анодных материалов для формирования покрытий на сталях (20X13 и 30) методом электроискровой обработки. Установлены оптимальные режимы и условия нанесения жаростойких покрытий, включая покрытия с подслоем (Ni, Cu).

2. Установлена способность к пластическому деформированию столбчатых кристаллитов в покрытиях (NiAl, Ni₃Al), что позволяет уменьшить их шероховатость при выглаживании методом ультразвукового пластического деформирования

3. Полученными анодными материалами сформированы покрытия на турбинных лопатках (направляющих лопаток статора и рабочих лопатках ротора) установки ГТТ-3М ПАО «Дальэнергомаш», после технологических испытаний на поверхности лопаток признаков окисления и отслаивания не обнаружено.

Соответствие содержания диссертационной работы указанной специальности

По названию, объекту исследования, методам проведения исследований и содержанию материалов диссертационная работа соответствует следующим пунктам области исследования паспорта специальности 05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении):

п.2. Установление закономерностей физико-химических и физико-механических процессов, происходящих на границах раздела в гетерогенных структурах;

п.10. Разработка покрытий различного назначения (упрочняющих, износостойких и других) и методов управления их качеством.

Соответствие содержания автореферата содержанию диссертационной работы

Автореферат в достаточной степени отражает содержание, основные результаты, положения и выводы диссертационной работы.

Замечания по диссертационной работе

1. В разделе 3.2.1. диссертационной работы, в которой рассмотрены технологические аспекты формирования покрытия с использованием ЭИЛ, указано, что данные исследования ориентированы на «определение оптимальных режимов электроискровой обработки». И как результат отмечается, что исследования позволили установить режимы обработки для

получения максимального массопереноса, толщины, однородности и минимального количества окисленных участков. Поскольку речь идет об установлении оптимальных режимов, то следует полагать, что перечисленные характеристики являются параметрами оптимизации. Однако, каким образом решалась данная оптимизационная задача не указывается. Не представлены и количественные значения режимных параметров легирования. Также возникает вопрос: насколько чувствительным для установления режимных параметров является изменение состава анодного материала?

2. В разделе 2.1. диссертантом обозначены материалы исследований. Если для формирования покрытий выбор в качестве катодного материала сталей 30 и 20Х13 понятен и этому дано объяснение, то почему в качестве модельного материала для изучения поверхностного пластического деформирования покрытий выбрана бронза БрАЖ-9-4 не ясно. Ведь ни по химическому составу, ни по структурному состоянию данный материал с покрытием не имеет сходства.

3. Для количественной оценки кинетики массопереноса электродных материалов диссертант использует такой параметр как удельное изменение масс катода – Δk (г/см²) и анода Δa (г/см²). Понятно как оценить весовое изменение электродов, но не понятно к какой площади его отнести? И какой физический смысл в оценке удельного состояния? На стр. 40 диссертационной работы имеет место ссылка на литературный источник [191], на статью Ленева В.П., Глабец Т.В., Козыря А.В., опубликованную в журнале «Успехи современного естествознания», № 12, 2004 г. Однако, в этой статье изменения масс катода и анода оценивались в весовом формате, а не определялись их удельные значения.

4. В представлении методики по изучению деформационной способности электроискровых покрытий дано описание установки для ультразвукового пластического деформирования, где указано, что в ее составе присутствует преобразователь, необходимый для преобразования напряжения (а не тока, как указано в диссертации) промышленной частоты в ультразвуковой диапазон.

Эту роль выполняет генератор, а преобразователь, в зависимости от его исполнения, преобразует переменное магнитное поле ультразвуковой частоты (для магнитострикционного преобразователя) либо переменное электрическое напряжение ультразвуковой частоты (для пьезострикционных преобразователей) в механические колебания той же частоты. В основе этих преобразователей, как известно, заложены магнитострикционный либо пьезострикционный эффекты.

В этом же разделе схема ультразвукового выглаживания, представленная рисунком 2.1 не соответствует схеме торцевой обработки.

5. Ультразвуковое поверхностное пластическое деформирование в отличие от ультразвукового резания осуществляется по упругой схеме за счет поджатия колебательной системы к обрабатываемой поверхности статическим усилием – P (тарированным грузом либо пружиной). Поэтому обозначение этого параметра (P) как натяг, измеряемый в мм, на стр. 77 ошибочно. Хотя на той же схеме (рис. 2.1) размерность статического усилия правильная (H).

6. К сожалению, автором не рассматривается схема ультразвукового искрового легирования (УИЛ), в которой реализована возможность управления моментом подачи электрического импульса в периоде ультразвуковых колебаний анода.

7. В работе исследовались электроэрозионные частицы различного состава и структуры (раздел 3, рисунок 3.11), формирующиеся при «однократном процессе». Структура электроэрозионных частиц на рисунке 3.11 а-г соответствует однократному процессу. Но структура частиц, приведенных на рисунке 3.11, д, е содержит глобулярные включения светлой фазы, расположенные не только на поверхности. Как автор объясняет образование этих эрозионных частицах (рисунок 3.11, д, е).

8. В разделе 4 приведен анализ структурных составляющих покрытий (рисунок 4.15, а), где светлые локальные мелкие включения идентифицированы автором, однако, более крупные структурные

составляющие темного оттенка (как округлой, так и неправильной формы) не определены (рисунок 4.15 – 4.16) и не указан их генезис.

Заключение

Диссертация Ерёминой Ксении Петровны является самостоятельной, завершённой научно – квалификационной работой, выполненной на достаточно высоком уровне, в которой содержится решение научно – технической проблемы, имеющее существенное значение для машиностроительной отрасли.

Считаю, что по актуальности, научной новизне, практическому значению и объёму полученных результатов диссертационная работа «Разработка и исследование жаростойких покрытий, сформированных методом электроискрового легирования из интерметаллидов» удовлетворяет требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 № 842 в отношении кандидатских диссертаций, а ее автор – Ерёмкина Ксения Петровна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении).

Официальный оппонент

заведующий кафедрой технологии машиностроения

ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет»,

доктор технических наук (специальность 05.03.01 – Процессы механической и физико-технической обработки, станки и инструмент, 05.02.08 – Технология машиностроения), профессор



09.09.2020г

Рахимьянов Харис Магсуманович

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет» Адрес: Россия, 630073, г. Новосибирск, пр – т К. Маркса, 20

Тел.: (383)346 – 11 – 88, E – mail_kharis51@mail.ru