

решение диссертационного совета от 21 сентября 2022 года № 123

### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.078.02**

созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, о присуждении Каплан Михаилу Александровичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка технологии получения сферических порошков из коррозионностойкой стали с антибактериальными свойствами для применения в порошковой металлургии», в виде рукописи, по специальности 2.6.5 (05.16.06) «Порошковая металлургия и композиционные материалы» принята к защите 15 июня 2022 года, протокол № 118, диссертационным советом 24.1.078.02 (Д002.060.02), на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, 119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель Каплан Михаил Александрович родился в 1993 году.

В 2017 году окончил Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана» по направлению подготовки 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов» с присвоением квалификации «Магистр».

С 2017 по 2021 год обучался в аспирантуре ИМЕТ РАН по направлению подготовки 22.06.01 «Технологии материалов», направленность подготовки - Порошковая металлургия и композиционные материалы. Диплом об окончании аспирантуры выдан с присвоением квалификации «Исследователь. Преподаватель-исследователь».

С 2014 по 2017 гг. соискатель работал в должности инженера-исследователя в лаборатории Прочности и пластичности металлических и композиционных материалов и наноматериалов, с 2017 г по настоящее время работает в должности младшего научного сотрудника в лаборатории Физико-химических основ

металлургии цветных и редких металлов ИМЕТ РАН.

Диссертация выполнена в лаборатории Прочности и пластичности металлических и композиционных материалов и наноматериалов и в лаборатории Физико-химических основ металлургии цветных и редких металлов ИМЕТ РАН.

Научный руководитель - кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории Прочности и пластичности металлических и композиционных материалов и наноматериалов ИМЕТ РАН Севостьянов Михаил Анатольевич.

Официальные оппоненты:

Бажин Павел Михайлович, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник, заместитель директора Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук (ИСМАН);

Курганова Юлия Анатольевна, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Материаловедение», заместитель заведующего кафедрой по методической работе, руководитель лаборатории композиционных и неметаллических материалов в МГТУ им. Н. Э. Баумана;

дали положительные отзывы о диссертации.

Ведущая организация Акционерное общество "Корпорация "Московский институт теплотехники" (АО "Корпорация МИТ"), в своем положительном заключении, составленном на НТС отделения специальных технологий (протокол № 46 от 11 июля 2022 г.), подписанным заместителем начальника отделения и главного технолога М.В. Геровым, председателем ученого совета Б.В. Румянцевым и утвержден главным инженером, первым заместителем генерального директора С.Е. Шамшуриным указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, теоретической и практической значимости, объему выполненных исследований, полноте освещенности результатов в технической литературе отвечает критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 (05.16.06) – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

По теме диссертации опубликовано 27 печатных работ, в том числе 3 статьи в российских рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ, 6 статей в журналах, индексируемых в базах Scopus / Web of Science и 1 патент на изобретение. Общий объем работ по теме диссертации составляет 8,125 печатных листов (авторский вклад 80 %). Содержание диссертации достаточно полно отражено в опубликованных работах.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации и личный вклад автора:

1. Kaplan M.A., Ivannikov A.Yu., Konushkin S.V., Nasakina E.O., Baikin A.S., Kartabaeva B.B., Gorbenko A.D., Kolmakov A.G., Sevostyanov M.A. Study of the Structure, Mechanical Characteristics, and Antibacterial Properties of Corrosion-Resistant Steel Alloyed with Silver and Titanium // *Doklady Chemistry*, 2022, Vol. 502, Part 2, pp. 37–44. DOI: 10.1134/S001250082202001X

2. M A Kaplan, A Yu Ivannikov, A D Gorbenko, A V Mikhailova, A A Kirsankin, T A Kalaida, S V Konushkin, M A Sevostyanov Investigation of the structure and mechanical properties of stainless steel alloyed with silver // *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, Volume 1942, 012101, pp. 1-5 doi: 10.1088/1742-6596/1942/1/012101

3. M A Kaplan, A Yu Ivannikov, A D Gorbenko, A V Mikhailova, A A Kirsankin, T A Kalaida, S V Konushkin, M A Sevostyanov Effect of heat treatment on the mechanical properties of stainless steel wire // *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, Volume 1942, 012102, pp. 1-5 doi: 10.1088/1742-6596/1942/1/012102

4. Kaplan M.A., Kirsankin A.A., Smirnov M.A., Kalaida T.A., Baranov E.E., Ustinova Yo.O., Sevostyanov M.A. Properties of spherical stainless steel powders // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, Volume 525, 012075, pp. 1-6 doi:10.1088/1757-899X/525/1/012075

5. Kolmakov A.G., Ivannikov A.Yu., Kaplan M.A., Kirsankin A.A., Sevostyanov M.A. Corrosion-resistant steels in additive manufacturing // *Izvestiya Ferrous Metallurgy*, 2021, Vol. 64, № 9, pp. 619 – 650. doi: 10.17073/0368-0797-2021-9-619-650

6. Kirsankin, A. A., Kalaida, T. A., Kaplan, M. A., Smirnov, M. A., Ivannikov, A. Y., & Sevostyanov, M. A. Characterization of spherical stainless steel powders

prepared by electric arc spraying process // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2020, Volume 848, 012033, pp.1-5 doi: 10.1088/1757-899X/848/1/012033

7. Каплан М. А., Иванников А. Ю., Конушкин С. В., Насакина Е. О., Баикин А. С., Картабаева Б. Б., Горбенко А. Д., Колмаков А. Г., Севостьянов М. А. Исследование структуры, механических и антибактериальных свойств коррозионностойкой стали, легированной серебром и титаном // Доклады Российской академии наук. Химия, науки о материалах, 2022, Том 502, с. 41–49. DOI: 10.31857/S268695352201006X

8. Колмаков А.Г., Иванников А.Ю., Каплан М.А., Кирсанкин А.А., Севостьянов М.А. Коррозионностойкие стали в аддитивном производстве // Известия вузов. Черная металлургия., 2021. Том 64. № 9. С. 619-650. DOI 10.17073/0368-0797-2021-9-619-650.

9. Каплан М.А., Конушкин С.В., Сергиенко К.В., Картабаева Б.Б., Горбенко А.Д., Колмаков А.Г., Иванников А.Ю., Севостьянов М.А. Влияние термической обработки на свойства коррозионностойкой стали легированной серебром и титаном // Физика и химия обработки материалов, 2022, №3 с. (в печати)

10. Патент № 2749403 РФ. Устройство для получения металлического порошка / Севостьянов Михаил Анатольевич (RU), Сергиенко Константин Владимирович (RU), Баикин Александр Сергеевич (RU), Иванников Александр Юрьевич (RU), Колмаков Алексей Георгиевич (RU), Конушкин Сергей Викторович (RU), Каплан Михаил Александрович (RU), Насакина Елена Олеговна (RU), Баранов Евгений Евгеньевич (RU); заявитель и патентообладатель ФГБУН “Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова” РАН (ИМЕТ РАН) - № 2020126240; заявл. 06.08.2020; опубл. 09.06.2021

Личный вклад автора в перечисленных публикациях состоял в проведении экспериментов, анализе, обработке данных и интерпретации полученных результатов.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

профессора кафедры физики ФГБОУ ВО «ВГТУ», доктора физико-математических наук, профессора Кущева Сергея Борисовича; начальника лаборатории технической керамики НИЦ «Курчатовский институт» ЦНИИ КМ

«Прометей», доктора технических наук Перевислова Сергея Николаевича; директора научно-образовательного центра химического инжиниринга и биотехнологий ФГ АОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО», доктора химических наук, доцента Кривошапкина Павла Васильевича; старшего научного сотрудника ИМАШ РАН, кандидата технических наук Татуся Николая Алексеевича; директора ГНУ «Институт прикладной физики НАН Беларуси», доктора технических наук, профессора Хейфеца Михаила Львовича; президента Академии наук Республики Башкортостан, доктора технических наук Рамазанова Камиля Нуруллаевича; старшего научного сотрудника лаборатории «Полупроводниковых и диэлектрических материалов» ИОНХ РАН, кандидата химических наук Козерожец Ирины Владимировны; профессора кафедры «Материаловедение и Технология Обработки Материалов» ФГБОУ ВПО «МАИ», доктора технических наук Иванова Дмитрия Алексеевича

Все отзывы положительные. В отзывах содержатся критические замечания, например:

- В работе не приведены результаты исследований антибактериальных свойств сферического порошка;
- В работе не приведены исследования эффективности фильтров, изготовленных из созданного металлического порошка.
- В качестве замечания к автореферату можно указать, что в тексте не указаны первоначальные размеры выплавленных слитков и параметры обжатия при прокатке слитков в пластины/прутки. Возможно, данная информация присутствует в тексте диссертации.
- К незначительным недостаткам работы можно отнести не объясненное ограничение на диаметр распыляемой проволоки в 1мм, что не принижает в целом произведенную работу.
- На рисунке 4 размерные маркеры не читаемые;
- В таблице 2 количественные значения текучести представлены с двумя знаками после запятой, а доверительный интервал в целых единицах.
- Из текста автореферата не понятно, как был определен рациональный количественный состав серебра и титана.

- В научной новизне идет речь о том, что выход количества годной фракции достигает 75%. Но из текста автореферата не ясно для какого состава компонентов он сделан.
- Полученные диссертантом научные результаты достаточно интересны и обширны, но, к сожалению, не все они нашли отражение в публикациях к моменту представления работы, особенно в части, посвященной получению и исследованию сферического порошка. Можно рекомендовать диссертанту в дальнейшем опубликовать их дополнительно в научных журналах.
- Недостаточно представлен иллюстративный материал (нет картин рентгеновской дифрактометрии)
- Рисунки представлены небольшого размера, масштабные метки практически не читабельны, что затрудняет анализ и сравнение полученных изображений.
- Из эксперимента и научно-технической литературы известно, что крупные микросферы, полученные методом плазменной сфероидизации (фракции более 100 мкм), как правило, содержат замкнутые газонаполненные полости, что связано с интенсивным испарением вещества при температуре плазмы. Из материалов автореферата не ясно, исследовался ли этот вопрос? Какова внутренняя структура полученных стальных сферических частиц?
- Для стали, как материала конструкционного назначения, помимо приведенных показателей механических свойств ( $\sigma_{0,2}$ ;  $\sigma_B$ ; HV;  $\delta, \%$ ), чрезвычайно важно располагать данными о чувствительности её структуры к концентратору напряжений и трещиностойкости (по параметрам  $K_{1c}$ , МПа·м<sup>1/2</sup> и  $\gamma_F$  Дж/м<sup>2</sup>), а также знать особенности диаграмм деформирования образцов при нагружении. Можно ли привести такие данные в сравнении с другими видами конструкционных сталей?
- Проводилась ли статистическая оценка результатов механических испытаний полученных образцов?

На все критические замечания даны подробные и исчерпывающие ответы (см. стенограмму).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области порошковой металлургии и материаловедения композиционных материалов и способностью определить научную и практическую ценность представленной в диссертационный совет диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработана технология получения слитков, пластин, проволок и сферических порошков с равномерным распределением химических элементов из стали 03X17H10M2 с содержанием 0,2% Ag; 0,5% Ag; и 0,2% Ag 0,5% Ti, включающая выплавку, гомогенизирующий отжиг, прокатку, ротационную ковку, волочение и распыление. Полученные материалы обладают антибактериальными свойствами по отношению к бактериям рода *Clavibacter* и *Pseudomonas marginalis*;

- получен патент № 2749403 РФ «Устройство для получения металлического порошка»;

- разработан лабораторный регламент на получение опытных партий сферических порошков на экспериментальной установке для плазменного распыления проволоки, изготовленной в соответствии с полученным патентом;

- разработаны новые материалы для металлических антибактериальных фильтров из сферического порошка 03X17H10M2 с содержанием 0,2% Ag; 0,5% Ag; и 0,2% Ag 0,5% Ti;

- исследовано изменение свойств материалов из антибактериальных сталей при переходе от слитков к сферическим порошкам (слитков, пластин, проволок и сферических порошков). Доказана перспективность использования антибактериального сферического порошка в научных и практических целях.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- разработаны антибактериальные стали с равномерным распределением химических элементов. Установлено, что разработанные стали обладают

антибактериальной активностью против бактерий рода *Clavibacter* и *Pseudomonas marginalis*;

- изучено влияние гомогенизационных отжигов слитков сталей, легированных серебром (0,2 мас. % Ag / 0,5 мас. % Ag), а также серебром и титаном (0,2 мас. % Ag и 0,5 мас. % Ti) на структуру. Определена технология получения бездефектных слитков с равномерным распределением химических элементов, которая включает трехкратный переплав в аргонодуговой печи и дальнейшую термическую обработку при температуре 1050°C в течение 9-и часов. Показано, что после гомогенизационного отжига слитки имеют аустенитную структуру;

- изучено влияние химического состава (0,2 мас. % Ag / 0,5 мас. % Ag / 0,2 мас. % Ag и 0,5 мас. % Ti) и некоторых технологических параметров пластической деформации (температура и время предварительных и промежуточных отжигов) на структуру и механические свойства образцов в виде пластин и проволоки. Установлено, что прокатку слитков до пластины следует проводить при подогреве заготовки до 1100°C и выдержке в течение 25 минут, а промежуточный нагрев осуществляется после каждого прохода в течение 5 минут. Для получения проволоки прокатка слитка так же осуществляется при подогреве до температуры 1100°C до получения сечения 10x10 мм<sup>2</sup>. Ротационная ковка проводится при подогреве до 700°C и смене бойков с диаметра 12,5 мм до 2,45 мм. Волочение проводилось без подогрева в холодную с последовательной сменой фильер с диаметра 2,2 мм до 1 мм, скорость волочения составляла от 2 до 5 м/мин. Показано, что пластины толщиной 1 мм после горячей прокатки имеют ярко выраженную мелкозернистую аустенитную структуру и высокие механические свойства (пластичность более 44%, прочность более 693МПа, твердость более 247 НV). Результаты исследований влияния термических обработок на структуру и механические свойства проволок из полученных сталей показали, что с увеличением температуры увеличивается пластичность;

- получена зависимость выхода порошка годной фракции пригодной для аддитивного производства с диаметром частиц менее 160 мкм от режимов плазменного распыления. С увеличением мощности электрической дуги от 4 кВт до 8кВт и расхода газа от 100 л/мин до 250 л/мин выход годной фракции увеличивается

и достигает 75%. Определен оптимальный режим получения сферического порошка методом плазменного распыления проволоки: мощность 4кВт при расходе газа 200л/мин. Выявлена зависимость фракционного состава полученного порошка (250-160 мкм, 160-90 мкм и -90 мкм) на его текучесть, насыпную плотность и плотность после утряски. Текучесть возрастает при уменьшении фракционного состава;

- получены сферические порошки модифицированной коррозионностойкой стали 03X17H10M2 с добавлением серебра методом плазменного распыления проволоки. Добавление 0,2% мас. Ag и 0,5 мас. % Ag, не влияет на гранулометрический состав, морфологию, текучесть и насыпную плотность получаемого порошка. Полученные сферические порошки имеют равномерное распределение серебра в частицах, что сохраняет антибактериальные свойства материала.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- разработана технология получения пластин, проволок и сферических порошков из коррозионностойких сталей с антибактериальными свойствами, легированных серебром (0,2 мас. % Ag / 0,5 мас. % Ag), а также серебром и титаном (0,2 мас. % Ag и 0,5 мас. % Ti) для применения в медицине, сельском хозяйстве и пищевой промышленности. Изучены стадии (аргонодуговая плавка, прокатка, ротационная ковка, волочение, промежуточные термические обработки, плазменная атомизация) и некоторые технологические параметры (температура и время предварительных и промежуточных отжигов) формирования материалов;

- разработана технология получения сферического порошка с выходом фракции менее 160 мкм, пригодной для аддитивного производства, более 70% из проволоки коррозионностойкой стали 03X17H10M2. Для получения опытных партий порошков для аддитивной промышленности разработана конструкция установки плазменного распыления проволоки, защищенная патентом № 2749403 РФ: «Устройство для получения металлического порошка»;

- получен сферический порошок антибактериальных сталей с содержанием серебра (0,2 мас. % Ag / 0,5 мас. % Ag), а также серебра и титана (0,2 мас. % Ag и 0,5 мас. % Ti). Определена их применимость в аддитивной промышленности и

порошковой металлургии. Для послойного сплавления применяются порошки с фракцией менее 60 мкм, для послойной наплавки - менее 160 мкм. Порошки более 160 мкм применяют в порошковой металлургии в процессах спекания и/или горячего прессования;

- показана возможность применения сферических порошков фракции с диаметром частиц 160-250 мкм для изготовления фильтров, используемых в медицине, сельском хозяйстве и пищевой промышленности;

- результаты работы будут применяться в специализированных организациях: ООО «Пушчинотех», АО «Корпорация «МИТ».

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- Экспериментальные результаты получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных измерительных приборов, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

- теория построена на известных, проверяемых данных, а полученные результаты согласуются с опубликованными работами по тематике диссертации;

- идея базируется на анализе и обобщении практического и теоретического международного опыта исследования эксплуатационных свойств и применения материалов, методов их получения и модификации за последние несколько десятилетий;

- установлено качественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике;

- использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

Личный вклад соискателя состоит в:

- все вошедшие в диссертационную работу результаты получены лично автором, либо при его непосредственном участии, интерпретация основных научных результатов осуществлялась с соавторами публикаций;

- результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на 14 научных конференциях.

Тема диссертации, а также ее проблематика и содержание, соответствуют паспорту специальности 2.6.5 (05.16.06) – Порошковая металлургия и

композиционные материалы (области исследований п.1, п.2, п.5 и п.6).

Диссертация Каплан Михаила Александровича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой решен ряд актуальных задач, в т.ч. разработана технология получения пластин, проволок и сферических порошков с антибактериальными свойствами, разработана технология получения сферического порошка с выходом фракции (менее 160 мкм) более 70% пригодной для получения изделий методом аддитивного производства и порошковой металлургии, а также разработан лабораторный регламент на получение опытных партий сферических порошков на экспериментальной установке для плазменного распыления проволоки, что имеет существенное значение для развития страны.

На заседании 21 сентября 2022 г. диссертационный совет принял решение присудить Каплан Михаилу Александровичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 8 докторов наук специальности 2.6.5 (05.16.06) – Порошковая металлургия и композиционные материалы, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени – 17, против присуждения учёной степени – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель

диссертационного совета 24.1.078.02,

д.т.н.

В.С. Юсупов

Ученый секретарь диссертационного

совета 24.1.078.02, к.т.н.

В.А. Андреев

21 сентября 2022 года

Подпись В.С. Юсупова и В.А. Андреева заверяю:

Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



О.Н. Фомина