

решение диссертационного совета от 14 декабря 2016 года № 62

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук» о присуждении Шустову Вадиму Сергеевичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка технологии получения градиентных пористых материалов на основе порошков карбида титана для фильтрации газов и жидкостей», в виде рукописи по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» принята к защите 21 сентября 2016 года, протокол № 58, диссертационным советом Д 002.060.02 на базе ФГБУН «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 ШУСТОВ Вадим Сергеевич родился в 1988 году.

В 2011 году окончил Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» по специальности «Физика металлов» с присуждением квалификации «инженер-физик».

С 2011 по 2014 год обучался в аспирантуре ФГБОУ ВО Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» по специальности 01.04.07 - Физика конденсированного состояния.

С 2014 года по настоящее время работает в должности младшего научного сотрудника в лаборатории ударно-волновых и быстропротекающих процессов ФГБУН Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук.

Диссертация выполнена в ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, в лаборатории «Физикохимии поверхности и ультрадисперсных порошковых материалов».

Научный руководитель АЛЫМОВ Михаил Иванович д.т.н., член-корр. РАН, ФГУБН Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, директор.

Официальные оппоненты:

ИВАНОВ Виктор Владимирович, доктор физико-математических наук, член-корреспондент РАН, профессор, декан факультета физической и квантовой электроники, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Московский физико-технический институт (государственный университет)», руководитель центра испытаний функциональных материалов;

ДЗИДЗИГУРИ Элла Леонтьевна, кандидат технических наук, Национального исследовательского технологического университета "МИСиС" (НИТУ МИСиС), кафедра функциональных наносистем и высокотемпературных материалов, доцент; дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация ФГБУН «Институт физической химии и электрохимии им А.Н. Фрумкина Российской академии наук (ИФХЭ РАН)», в своем положительном заключении, подписанном заместителем председателя секции ученого совета, профессором, д.ф.-м.н. В.И. Ролдугиным и ученым секретарем секции ученого совета, д.х.н. В.А. Котеневым и утвержденном директором ИФХЭ РАН, профессором, д.х.н. А.К. Буряком, указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, объему выполненных исследований, полноте освещённости результатов в технической литературе отвечает критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям «Положения о присуждении ученых степеней».

Соискатель имеет по теме диссертации 9 опубликованных работ, все работы опубликованы в изданиях, входящих в перечень ведущих рецензируемых научных журналов, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ. Общий объем работ по теме диссертации составляет 4,625 печатных листа (авторский вклад 60 %). Содержание диссертации достаточно полно отражено в опубликованных работах.

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

1. Алымов М.И., Зеленский В.А., Анкудинов А.Б., Шустов В.С. Прочность пористого материала из порошка карбида титана// Физика и химия обработки материалов. -2009.- № 6.- С.55-58.
2. Алымов М.И., Шустов В.С., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А. Получение пористой трубки из порошка карбида титана// Перспективные материалы. -2011.- № 1.- С.94-96.
3. Алымов М.И., Шустов В.С., Касимцев А.В., Жигунов В.В., Анкудинов А.Б., Зеленский В.А. Синтез нанопорошков карбида титана и изготовление пористых материалов на их основе// Российские нанотехнологии.-2011.-№ 1-2. – С.84-89.
4. Шустов В.С., Залетова И.А., Аверин С.И., Зеленский В.А., Анкудинов А.Б., Алымов М.И. Диаграмма спекания порошков карбида титана// Российские нанотехнологии.-2012.-№11-12. – С.95-98.
5. Alymov M.I., Averin S.I., Shustov V.S. Sintering Mechanisms for Crystalline Powders: Comparative Analysis// International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis.-2013, Vol. 22, No. 4, pp. 234–235.

Личный вклад автора в перечисленных публикациях состоял в проведении экспериментов, анализе и обработке их результатов.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

заведующего кафедрой обработки металлов давлением ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», профессора, доктора технических наук, академика РАН Ф.В. Гречникова и доцента кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», к.т.н. Е.А. Носовой; заведующего научно-исследовательской лабораторией «Новые технологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Забайкальский государственный университет», профессора, доктора технических наук С.Ф. Забелина; научного руководителя научного центра порошкового материаловедения ПНИПУ, профессора, доктора технических наук С.А. Оглезневой; начальника сектора отдела конструкционной керамики АО «Центральный научно-исследовательский институт материалов», кандидата технических наук С.Н. Перевислова; профессора кафедры «Аналитической химии, сертификации и

менеджмента качества» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский университет», доктора химических наук А.Ф. Дресвянникова; ректора ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет», доктора технических наук, профессора, профессор Российской академии наук М.Н. Краснянского; ведущего научного сотрудника лаборатории ударно-волновых процессов ФГБУН «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН», доктора технических наук, профессора Ю.В. Левинского.

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

- Из автореферата не ясно влияние добавок никеля и молибдена на прочность и термостойкость получаемого материала;
- Не ясно также, по какой причине при температуре 1250 °С происходило оплавление и сплавление частиц карбида титана (стр. 10 автореферата).
- Аппроксимирующие линии на рисунках 7 и 8 выполнены без указания степени достоверности их построения. При этом заметны значительные расхождения между экспериментальными точками и проведенными прямыми. Это замечание вызывает появление следующего;
- Построение диаграмм спекания порошка на рисунках 9 и 10 сделано со значительными погрешностями. В комментариях к диаграммам этот момент оговорен, но тогда не понятны границы и области применения построенных диаграмм;
- На стр.19 автореферат указаны режимы термообработки, при этом длительность нагрева составляет 3 часа, а время выдержки 5 и 7 минут. Значения не понятные и не сопоставимые по длительности;
- Автор не поясняет снижение значения твердости некоторых образцов при увеличении плотности и снижении пористости.

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 метал-

лургии и способностью определить научную и практическую ценность представленной в диссертационный совет диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработана технология консолидации порошков карбида титана, позволяющая получать прочный материал с градиентной пористой структурой с заданными значениями пористости и размером пор;
- предложен способ получения компактных пористых изделий с градиентной структурой из порошков карбида титана, включающий гранулирование порошков, их одноосное либо гидростатическое прессование и спекание в вакууме при 1250 – 1550 °С и нанесение селективного слоя методом центрифугирования;
- доказана перспективность использования развитой в работе технологии создания градиентной пористой структуры на основе порошков карбида титана различной дисперсности для изготовления проницаемых материалов с заданным максимальным размером пор;
- введена измененная трактовка понятия градиентной пористой структуры, под которой понимается наличие в объеме материала областей с различающимися друг от друга характеристиками пористой структуры, такими как максимальный размер пор и удельный объем пор.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что методом построения диаграмм спекания порошков карбида титана определены превалирующие механизмы спекания порошков при заданных температуре и размере перешейка между частицами порошка. На ранней стадии спекания нано- и микропорошков доминирующим механизмом является поверхностная диффузия титана к перешейку, что позволяет сделать заключение о повышении скорости спекания с увеличением удельной поверхности используемого порошка карбида титана.

Применительно к проблематике диссертации результативно использованы классические подходы в области порошковой металлургии получения компактных изделий, планирования эксперимента, методы статистической обработки данных, комплексные физико-химические методы анализа;

- изложены методика исследования процесса компактирования порошков карбида титана для получения пористых материалов, теоретические зависимости, использованные при построении диаграмм спекания порошков карбида титана и оценки проницаемости и эффективного размера пор материалов, технологические факторы, определяющие параметры получаемых изделий;
- раскрыты и решены проблемы, возникающие при прессовании и высокотемпературном спекании керамических материалов, связанные с образованием микродефектов структуры и разупрочнением,
- изучены зависимости значений пористости, механической прочности от режима компактирования порошков;
- проведено усовершенствование технологии получения пористых порошковых материалов, заключающееся в создании пористой матрицы из грубодисперсного порошка и нанесения на нее проницаемого слоя из ультрадисперсного порошка с регулируемой структурой.

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

- разработана технология получения прочного проницаемого материала из порошков карбида титана с градиентной структурой с заданными значениями пористости и размером пор;
- определены для процесса спекания прессовок возможные температурные режимы, при которых растёт прочность межчастичных границ без образования значительного количества микротрещин; модельными расчетами определены механизмы спекания порошков карбида титана при заданных температуре и размере перешейка между частицами;
- созданы модельные диаграммы спекания, по которым качественно можно судить о доминирующем механизме спекания для данной температуры и размера перешейка; при температурах спекания 1250 – 1550°C на ранней стадии спекания ультрадисперсных порошков карбида титана доминирующим механизмом является поверхностная диффузия титана с поверхности частиц к перешейку, что позволяет сделать вывод о более высокой скорости спекания порошков с большей удельной поверхностью.

– представлены методические рекомендации для процессов консолидации порошков карбида титана, которые позволяют существенно снизить количество дефектов, связанных как с прессованием порошков (перепрессовочные трещины), так и со спеканием (микротрещины, появление которых обусловлено температурными напряжениями при охлаждении).

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании, с использованием точных измерительных приборов, отвечающим современным требованиям, показана воспроизводимость результатов исследования на контрольных выборках в условиях опытных испытаний;
- теория построена на известных литературных данных, с применением классических подходов в области теории прессования, спекания и планирования эксперимента. При построении диаграмм спекания использованы известные скоростные уравнения, описывающие рост перешейка между частицами для каждого механизма;
- идея базируется на анализе и обобщении практического опыта прессования и спекания керамических порошков в вакууме, с возможным нанесением в последующем тонкого проницаемого слоя на высокопористый образец;
- использованы данные по интервалам температур для спекания в вакууме порошков карбида титана с различным размером частиц, в соответствии с которыми были выбраны режимы температурной обработки прессовок, данные о применении никеля и молибдена в качестве легирующих добавок при спекании карбида титана;
- установлено, что предел прочности на изгиб пористого материала, полученного из ультрадисперсного порошка карбида титана с пористостью около 25 % составляет 74 МПа, в то время как по литературным данным материал из крупнозернистого порошка карбида титана с таким же значением пористости имеет предел прочности на изгиб 15 Мпа;
- использованы современные методики сбора и обработки информации, представительные совокупности образцов пористого материала на основе порошков карбида титана с данными значениями относительной плотности после прессования, спекаемые при указанных температурах при идентичных фиксируемых параметрах,

таких как температура и время спекания, скорости нагрева и охлаждения, значение вакуума;

Личный вклад соискателя состоит в:

- участии в аттестации используемых порошков;
- подготовке порошков, заключающейся в их грануляции;
- участии при изготовлении пористых материалов методами прессования, спекания в вакууме, включая создание материала с градиентной структурой;
- участии в получении экспериментальных данных значений пористости и геометрических характеристик спечённых образцов;
- участии в опытах по измерению прочности при изгибе и твердости по Роквеллу полученных материалов;
- построении модельных диаграмм механизмов уплотнения при спекании порошковых компактов;
- обработке и интерпретации экспериментальных данных исследования макроструктуры и характеристик пористого материала;
- подготовке девяти основных публикаций по выполненной работе

Содержание и проблематика диссертации соответствуют паспорту специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы», в частности, областям исследования 2, 3, 5 и 6.

Диссертация Шустова Вадима Сергеевича является научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная задача усовершенствования технологического процесса изготовления объемных материалов из порошков карбида титана на основе установленных закономерностей формирования пористой структуры в процессе прессования, спекания и создания градиентной структуры для фильтрации газов и жидкостей, что вносит значительный вклад в развитие экономики страны.

На заседании 14 декабря 2016 г. диссертационный совет принял решение присудить Шустову Вадиму Сергеевичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 19 человек, из них 9 докторов наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы», участвовавших в заседании, из 21 человека,

входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени 19, против присуждения учёной степени – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель диссертационного
совета Д 002.060.02, д.т.н.,
член-корреспондент РАН

Г.С.Бурханов

Ученый секретарь диссертационного
совета Д 002.060.02, д.т.н.

И.Е.Калашников

14 декабря 2016 года

Подпись Г.С. Бурханова и И.Е. Калашникова заверяю:

Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



О.Н. Фомина