

ЗАКЛЮЧЕНИЕ диссертационного совета Д 002.060.03

на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института  
металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова

Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

по диссертации Филатовой Надежды Константиновны

на соискание ученой степени кандидата технических наук.

О присуждении Филатовой Надежде Константиновне, гражданке РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация Филатовой Н.К. «НАУЧНОЕ ОБОСНОВАНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ ПРОМЫШЛЕННОЙ ТЕХНОЛОГИИ ВЫПЛАВКИ СЛИТКОВ ГАФНИЯ ДЛЯ АТОМНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ» в виде рукописи по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» принята к защите 15 сентября 2016 года, протокол № 2-16 диссертационным советом Д 002.060.03 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук по адресу: 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49.

Соискатель, Филатова Надежда Константиновна, 1979 года рождения, в настоящее время является старшим научным сотрудником отделения П-349 «Разработки технологий циркониевых сплавов, изделий и материалов ТВС тепловых реакторов» государственного научного центра российской федерации акционерного общества «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара». В 2001 году окончила Московский государственный институт стали и сплавов по специальности «Литейное производство черных и цветных металлов». С 2012 года по 2015 год обучалась в аспирантуре ГНЦ АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ») по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Диссертация выполнена в отделении П-349 «Разработки технологий циркониевых сплавов, изделий и материалов ТВС тепловых реакторов» государственного научного центра российской федерации акционерного общества «Высокотехнологический научно-

исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара».

Научный руководитель кандидат технических наук Аржакова Валентина Михайловна ГНЦ АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», ведущий эксперт отделения П-349 «Разработки технологий циркониевых сплавов, изделий и материалов ТВС тепловых реакторов».

Официальные оппоненты:

Ночовная Надежда Алексеевна, гражданство РФ, доктор технических наук, начальник лаборатории «Титановые сплавы для конструкций самолетов и двигателей» (ФГУП ГНЦ «ВИАМ»), адрес: 105005, Россия, г. Москва, ул. Радио, д. 17; тел. 8 (499) 263-85-67; e-mail:[nochovnaya-viam@mail.ru](mailto:nochovnaya-viam@mail.ru)

Кропачев Андрей Николаевич, гражданство РФ, кандидат технических наук, доцент кафедры ЦМЗ, заместитель директора института ЭкоТех по учебно-воспитательной работе (НИТУ «МИСИС»), адрес: 119049, г. Москва, Ленинский пр., 4; тел. 8 (499) 236-51-47; e-mail:[kan@misis.ru](mailto:kan@misis.ru)

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Национальный Исследовательский Ядерный Университет «Московский Инженерно-Физический Институт» (НИЯУ «МИФИ»), адрес: 115409, г. Москва, Каширское ш., 31;

в своем положительном заключении о диссертации, составленном и подписанным директором Института Промышленных Ядерных Технологий НИЯУ «МИФИ» (ИПЯТ НИЯУ «МИФИ»), к. т. н. Глаговским Э.М. и утвержденном ректором НИЯУ «МИФИ» д. ф.-м.н. Стрихановым М.Н. указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, содержанию и объёму проведенных исследований отвечает требованиям «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям.

Ведущая организация делает соискателю следующие замечания:

1. Из работы не совсем ясно, в чем состоят отличия, предлагаемого автором нового метода, определения оптимального режима устранения литейных дефектов в верхней части слитка от обычных методов, изложенных, например, в книге В.И. Добаткина «Слитки титановых сплавов», на которую автор и ссылается;

2. В работе отсутствует обсуждение связи между режимом выплавки и структурой второй фазы, располагающейся по границах зерен в полученных слитках. Очевидно, что

идентификация и морфология частиц второй фазы важны для определения их влияния на технологические свойства материала при его дальнейшем переделе;

3. В работе имеются погрешности технического характера (опечатки).

Ведущая организация отмечает, что следующие замечания не снижают положительной оценки диссертации.

Официальными оппонентами были сделаны следующие замечания:

- д.т.н. Ночовой Н.А.:

1. Первая глава несколько перегружена сведениями о гафнии, как о элементе Периодической системы Д.И. Менделеева и его физических свойствах;

2. При описании методов исследования и методик не указаны ни методы, ни методики исследования структурно-фазового состава, используемые диссертантом в своей работе;

3. На стр. 17 представлены требования, предъявляемые к химическому составу слитков гафния. Однако, при ссылке на нормативно-техническую документации не указан ни один регистрационный номер документа;

4. Некорректно сформулирован заголовок таблицы 1.5 (стр. 24) с данными по химическому составу;

5. Представляются не совсем обоснованными исследования по динамике дегазации в процессе проведения вакуумно-дуговой плавки слитка. Полный комплекс аналогичных исследований был проведен В.В. Тетюхиным с коллективом автором еще в 1980-1983 гг. для метода вакуумно-дуговой плавки титановых сплавов.

- к.т.н. Кропачевым А. Н.:

1. В диссертации отсутствуют сведения о спросе на гафний в различной номенклатуре;

2. Цена на гафний приведена без учёта динамики и только за 1 год;

3. Было бы интересно оценить себестоимость конечного продукта, а не стоимости передела, так как непонятно, что является исходным сырьём для производства электролитического порошка гафния;

4. На стр. 12 приведены устаревшие понятия «окисел», внесистемная единица «мм.рт.ст.»

5. По всей работе допускается помещение на другую строку единиц измерения от их численных значений, что недопустимо по ГОСТ 8.417-2002;

6. Стр. 55 и стр. 58 – непонятно, каким способом проводилось измерение плотности брикетов;

7. Стр. 61 – перед рисунком: «однородность плотности брикета будет расти» – некорректное выражение по отношению к плотности;

8. Табл. 3.4 стр. 74 «упругость паров» – устаревшее, сейчас «давление паров»;

9. Рис. 3.13 стр. 79 «временах» заменить на «различном времени»;

10. Рисунки 3.14 и 2.8 схожи до степени заимствования;

11. Таб. 4.5-4.6 нет геометрических и весовых показателей слитков;

12. Нет описания методики определения содержания примесей;

13. Таб. 5.2-5.3 оценивался удельный расход, но нет ни массы слитков, ни их размеров;

14. Рис. 5.14 – наличие закрытой газовой раковины нигде не описано;

15. Из раздела 5.5 не совсем понятно, что твердость измерялась для всего слитка или только на срезе, т.к. из слитка в дальнейшем планируется производить плиты, листы и т.д., то и измерение это на данном этапе малоинформативно в отличие от распределения содержания примесей по объёму слитка и п.5 выводов по главе следует исключить.

Официальные оппоненты отмечают, что проведенные замечания не снижают положительную оценку и высокую значимость выполненных исследований.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области металлургии редких и цветных металлов и способностью определить научную и практическую значимость представленной диссертационной работы.

На автореферат поступило 10 отзывов. Все отзывы положительные, в некоторых имеются замечания и рекомендации:

1. Отзыв профессора кафедры «Технологии редких элементов и наноматериалов на их основе» РХТУ им. Д.И. Менделеева, член-корр. РАН, Чекмарева А.М. содержит следующие замечания:

- отсутствуют результаты исследования микроструктуры оборотных слитков, не проанализировано влияние примесей на получаемую микроструктуру;

- не следует писать «технология производства» – ибо технология – наука о наиболее рациональных способах производства.

2. Отзыв профессора, главного научного сотрудника НИЦ им. В.И. Добаткина ОАО «Всероссийский институт легких сплавов», д.т.н., Полькина И.С. содержит следующие замечания:

- перепутаны цифры 1 и 2 при объяснении эффективности способов переплава 1 и 2 (на рис. 1);

- не дается объяснения, когда и как происходит очистка от остальных примесей кроме Ti и Si (табл.1);

- в п.7 выводов говорится об установлении зависимостей между содержанием примесных элементов и твердостью слитков гафния, к сожалению, эти данные в автореферате не приводятся;

3. Отзыв начальника УЯМ Госкорпорации «Росатом», к.т.н., Пителя В.А. содержит следующее замечание:

- рекомендуется дополнительно провести исследования микроструктуры слитков гафния из электролитического порошка и оборотов с помощью электронной сканирующей микроскопии и сопоставить с данными по исследованию влияния примесей на твердость слитков гафния.

4. Отзыв советника генерального директора ФГУП «НИИ НПО «ЛУЧ», к.т.н., Денискина В.П. содержит следующие замечания:

- в настоящее время для производства слитков на основе тугоплавких металлов методом вакуумно-дуговой плавки используется полунепрерывное прессование брикетов из шихтовых материалов для повышения технико-экономических показателей производства.

Рекомендуется: разработать и изготовить прессоснастку для полунепрерывного прессования, разработать и опробовать эту технологию для производства расходимых электродов на АО «ЧМЗ»;

- исследовалось спекание брикетов на основе электролитического порошка гафния только двух диаметров 20 мм и 200 мм.

Рекомендуется: провести исследования эффективности спекания брикетов диаметров 50 мм, 100 мм и 150 мм для оценочного установления диаметра брикета, при котором в технологической схеме производства должна применяться операция спекания.

5. Отзыв заместителя генерального директора – технического директора АО «ЧМЗ», к.т.н., Чинейкина С.В. содержит следующие замечания:

- разработать способ введения оборотов в состав шихты для выплавки слитков на основе электролитического порошка гафния, с целью увеличения;

- разработать унифицированную технологию выплавки слитков гафния на основе электролитического порошка гафния.

6. Отзыв профессора, заведующего кафедрой «ТиСАПРМП, д.т.н., Моисеева В.С. содержит следующие замечания:

- в автореферате не приведены результаты исследования химического состава брикетов до спекания и после. Отмечено, что при спекании удаляется водород и углерод.

Отсутствует информация о рафинировании гафния во время спекания от других легколетучих примесей (фтор, хлор и др.);

- разработаны две технологические схемы переработки оборотов 1-3 класса гафниевого производства в электронно-лучевых печах двух типов: с промежуточной емкостью и гарниссажным тиглем. Почему не выбрана одна наиболее эффективная технологическая схема переработки оборотов.

7. Отзыв технического директора АО «СХК», к.ф.-м.н., Крутых В.Н. содержит следующую рекомендацию:

- при рассмотрении возможных способов выплавки слитков гафния и рафинирования металла включить в сравнительный анализ плазменно-дуговой метод переплава.

8. Отзыв ведущего эксперта АО «ВНИИХТ», д.т.н., Середенко В.А. содержит следующие замечания:

- разработанная технология получения слитков гафния внедрена в промышленное производство на АО «ЧМЗ», однако, автор не приводит данных по экономической эффективности внедрения;

- мало внимания уделено вопросу переработки оборотов 4-5 класса в гафниевом производстве.

9. Отзыв главного специалиста АО «ТВЭЛ», к.т.н., Долгов Ю.Н. содержит следующую рекомендацию:

- более подробно описать методики определения химического состава слитков.

10. Отзыв генерального директора ЗАО «Межгосударственная ассоциация Титан», к.т.н., Александрова А.В. содержит следующие замечания:

- в автореферате не представлена зависимость коррозионной стойкости изделий из гафния при различном содержании титана;

- не показано, удаляется титан в чистом виде или в виде соединения, что важно при более детальном понимании процесса рафинирования гафния от титана.

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

Соискатель имеет 15 печатных работ по теме диссертационной работы, в том числе 4 работы, рекомендованные ВАК РФ. Опубликованные работы в достаточной степени отражают содержание диссертации.

Наиболее значимые публикации по теме диссертационной работы:

1. Разработка способов изготовления слитков из электролитического порошка гафния и исследование их качества [Текст] / Н.К. Филатова, В.М. Аржакова, А.А. Кабанов и др. // Титан. – 2014. – № 1. – С.13-20.

2. Пат. 2443789 Российская Федерация, МПК С22В 34/14. Способ получения слитков гафния в электронно-лучевой печи [Текст] / Александров А.В., Аржакова В.М., Андреев А.В., Зиганшин А.Г., Ильенко Е.В., Кияненко М.А., Моренко О.Г., Филатова Н.К., Чернявский, В.Б.; 22 заявитель и патентообладатель АО «ЧМЗ». – № 2010115542/02 заявл. 19.04.2010; опубл. 19.04.2010, Бюл. №6. – 4 с.

3. Электронно-лучевая плавка гафния с электромагнитным перемешиванием [Текст] / В.М. Аржакова, Н.К. Филатова, А.Г. Зиганшин и др. // Цветные металлы. – 2010. – № 7. – С.86- 89.

4. Заявка 083204 Российская Федерация, МПК С22В9/20, С22В34/14. Способ получения слитков гафния вакуумно-дуговым переплавом [Текст] / Аржакова В.М., Филатова Н.К., Новиков В.В. и др.; заявитель АО «ВНИИНМ» и АО «ЧМЗ»; пат.поверенный Абдулова Т.Р.- №2014151997; заявл. 23.12.2014. – 8 с. Решение о выдаче патента на изобретение от 08.04.2016.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработаны промышленные технологические схемы получения слитков гафния из электролитического порошка российского производства, удовлетворяющие требованиям нормативной документации.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что

1. Научно обоснованы и экспериментально подтверждены коэффициенты зависимостей между силой тока и диаметром кристаллизаторов для первого и второго вакуумно-дуговых переплавов слитков гафния на основе электролитического порошка, обеспечивающие стабильность плавки, проплавление периферийных зон и получение плотной, однородной структуры слитков после второго переплава.

2. Проведен теплофизический расчёт кристаллизации слитков в процессе вакуумно- дугового переплава, разработан новый метод определения оптимального режима выведения усадочной раковины при последнем вакуумно-дуговом переплаве для устранения литейных дефектов в верхней части слитка.

3. На основе физико-химического расчета коэффициентов разделения гафния от примесей установлено, что наиболее трудно удаляемой примесью является титан, который снижает коррозионную стойкость изделий из гафния. Построена зависимость степени

очистки гафния от титана в процессе электронно-лучевой плавки от режимов переплава, позволяющая определить оптимальные параметры плавки, обеспечивающие снижение содержания титана в гафнии до уровня менее 0,005 масс. %.

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

1. Разработана и внедрена в промышленное производство технология формирования расходуемых электродов из брикетов на основе электролитического порошка гафния для вакуумно-дуговой плавки и расходуемых заготовок для электронно-лучевой плавки.

2. Внедрены в промышленное производство две технологические схемы выплавки слитков гафния на основе электролитического порошка в зависимости от содержания в нем титана.

3. Разработана и внедрена в промышленное производство технология выплавки слитков гафния на основе оборотов в электронно-лучевой печи с гарнессажным тиглем, позволяющая эффективно перерабатывать компактные обороты гафниевого производства.

4. Разработанные научные и технологические решения внедрены в промышленном производстве в АО «ЧМЗ» (с 2009 г. по настоящее время), что позволило получать слитки гафния российского производства.

Достоверность результатов подтверждается воспроизводимостью результатов, получением промышленных слитков гафния, удовлетворяющих всем требованиям нормативной документации с 2009 г. по настоящее время.

Личный вклад автора. Постановка задач исследования и выбор научных подходов к их решению, обработка результатов экспериментов, формулирование выводов, подготовка публикаций. Разработка промышленных технологических схем производства слитков гафния и их параметров.

Автор принимал непосредственное участие в качестве ответственного исполнителя и руководителя работ, в проведении экспериментальных плавки гафния и исследований качества слитков.

Диссертация соответствует паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» в пунктах 2, 4, 8, 9, 19 формулы специальности.

Диссертационный совет пришёл к выводу, что диссертация Филатовой Н.К. представляет собой научно-квалифицированную работу, которая по своему теоритическому, методическому и экспериментальному уровню, представленной научной новизне полученных результатов, теоретической и практической значимости



соответствует критериям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям.

На заседании 24 ноября 2016 г. диссертационный совет принял решение присудить Филатовой Надежде Константиновне ученую степень кандидата наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 21 человек, из них 10 докторов наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов», участвовавших в заседании, из 25 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение ученой степени 21, против присуждения ученой степени 0, недействительных бюллетеней 0.

Председатель диссертационного совета Д 002.060.03,  
Академик

Ю.В. Цветков

Ученый секретарь,  
к.т.н.

Т.Н. Ветчинкина

«24» ноября 2016 г.

Подписи Ю.В. Цветкова и Т.Н. Ветчинкиной удостоверяю:

Ученый секретарь ИМЕТРАН

к.т.н.



(Фомина О.Н.)