

решение диссертационного совета от 18 апреля 2018 года № 75

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

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

Диссертация «Разработка технологии получения компактного интерметаллида  $Nb_3Al$  из гидридно-кальциевого порошка», в виде рукописи, по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» принята к защите 17 января 2018 года, протокол № 73, диссертационным советом Д 002.060.02 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 02.11.2012г.

Соискатель ЮДИН Сергей Николаевич родился в 1990 году.

В 2013 году с отличием окончил Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тульский государственный университет» с присуждением степени магистра по направлению подготовки 150400 «Металлургия».

С 2013 по 2017 год обучался в аспирантуре ФГБОУ ВО «ТГУ» по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Работает начальником технологического бюро в ОАО «Метсинтез».

Диссертация выполнена в ФГБОУ ВО «Тульский государственный университет» на кафедре «Физика металлов и материаловедения».

Научный руководитель КАСИМЦЕВ Анатолий Владимирович, доктор технических наук, директор ООО «Метсинтез».

Официальные оппоненты:

КАРПОВ Михаил Иванович, доктор технических наук, член-корреспондент РАН, заведующий лабораторией материаловедения Федерального государственного

бюджетного учреждения науки Институт физики твердого тела Российской академии наук, г. Черноголовка;

ПОРТНОЙ Валерий Кимович, кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник кафедры общей химии химического факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, г. Москва; дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», г. Москва, в своем положительном заключении, подписанном директором Института порошковой металлургии, кандидатом технических наук О.А. СКАЧКОВЫМ, заместителем директора Института порошковой металлургии, старшим научным сотрудником, кандидатом технических наук И.А. ГУЛЯЕВЫМ и утверждённом первым заместителем генерального директора ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», кандидатом технических наук В.А. УГЛОВЫМ, указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, практической значимости, объёму выполненных исследований, полноте освещённости результатов в технической литературе отвечает критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям «Положения о присуждении ученых степеней».

Соискатель имеет 19 печатных работ, из них по теме диссертации опубликовано 18 научных работ и получен патент РФ, в том числе 4 статьи в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ. Общий объем работ по теме диссертации составляет 5,05 печатных листов (авторский вклад 67%). Содержание диссертации достаточно полно отражено в опубликованных работах.

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

1. Физико-химические и технологические характеристики порошка интерметаллида  $Nb_3Al$ , полученного гидридно-кальциевым методом / Касимцев А.В., Юдин С.Н., Маркова Г.В., Свиридова Т.А., Шуйцев А.В. // Известия ТулГУ. Технические науки. – 2014. – Вып. 3. – Ч. 2. – С. 139 – 150.

2. Свойства интерметаллида  $Nb_3Al$ , полученного гидридно-кальциевым методом / Касимцев А.В., Юдин С.Н., Логачёва А.И., Свиридова Т.А. // Неорганические материалы. – 2015. – Т. 51. - №1. – С. 49 – 56.

3. Исследование форм присутствия и содержания лёгких элементов в мелко-дисперсных порошках интерметаллида  $Nb_3Al$  / Григорович К.В., Алпатов А.В., Румянцев Б.А., Касимцев А.В., Юдин С.Н., Логачева А.И., Свиридова Т.А. // Перспективные материалы. – 2015. – №11. – С. 79 – 87.

4. Плазменные покрытия из порошков интерметаллидов системы Nb-Al / Комлев Д.И., Калита В.И., Радюк А.А., Касимцев А.В., Юдин С.Н., Свиридова Т.А., Иваников А.Ю. // Физика и химия обработки материалов. – 2016. -№1. – С. 31 – 39.

5. Способ получения заготовок из сплавов на основе интерметаллидов системы Nb-Al: пат. 2624562 Рос. Федерация: МПК<sup>51</sup> C22C 27/02 (2006.01), C22B 34/24 (2006.01), C22C 1/04 (2006.01), B22F 3/14 (2006.01) / Касимцев А.В., Юдин С.Н.; заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью «Метсинтез»; заявл. 28.09.2016; опубл. 04.07.2017, Бюл. №19. – 8 с.

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

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

Заведующего кафедрой материаловедения и композиционных материалов ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет», доцента, старшего научного сотрудника, доктора технических наук Л.М. Гуревича; учёного секретаря НИЦ «Курчатовский институт» – ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей» доцента, кандидата технических наук Б.В. Фармаковского; ведущего научного сотрудника ФГБУН «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова» Российской академии наук, доктора технических наук, профессора Ю.В. Левинского; начальника отделения металлических материалов и металлургических технологий ОАО «Композит», доктора технических наук А.И. Логачёвой; начальника научно-информационного центра им. В.И. Добаткина ОАО «ВИЛС», доктора технических наук, профессора И.С. Полькина; главного научного сотрудника лаборатории конструкционных сталей и сплавов ИМЕТ РАН, доктора техниче-

ских наук, профессора К.Б. Поваровой; главного научного сотрудника лаборатории «Высокотемпературные композиционные материалы» ФГУП «ВИАМ», доктора технических наук, профессора Б.В. Щетанова.

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

– В автореферате отсутствует термодинамический анализ процесса восстановления ниобия и алюминия кальцием и водородом при выбранных температурах, что позволило бы обосновать отсутствие в феноменологической модели реакций восстановления водородом.

– На рис. 12 (стр. 17) приведены данные о влиянии температуры спекания на пористость заготовок. Форма представления данных неудачна, т.к. требует сложного осмысления этих результатов.

– В автореферате необходимо было дать оценку жаростойких свойств порошкового компактного интерметаллида  $Nb_3Al$ , т.к. эти свойства являются очень важными для жаропрочных сплавов.

– Не приведены данные по пластичности интерметаллида  $Nb_3Al$ , хотя они представляют большой интерес особенно для порошкового компактного состояния.

– Автором не использованы все существующие способы повышения плотности и в первую очередь выбор режимов газостатической обработки полученных образцов.

– Вряд ли можно ожидать, что будет происходить скольжение винтовых дислокаций в процессе ползучести при сжатии в сплаве с гетерофазной структурой (фазы с кристаллическими решётками типа A15 и A2), хрупко разрушающемся даже при температурах 1450-1650 К (автореферат, рис. 8, 9). По-видимому, механизм, замедляющий ползучесть, скорее определяется наличием межфазных границ.

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

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

– разработаны научные и технологические основы создания материала на основе тугоплавкого интерметаллида  $Nb_3Al$  с контролируемым химическим и фазовым составами;

– предложен способ получения заготовок с контролируемой пористостью из порошков сплавов на основе  $Nb_3Al$ , включающий гидридно-кальциевый синтез порошка, его холодное гидростатическое прессование и спекание в вакууме при 1290 – 1900 °С;

– доказана перспективность использования развитой в работе технологии получения компактных сплавов на основе интерметаллида  $Nb_3Al$  с заданным химическим и фазовым составами, новизна которой защищена патентом РФ.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что методами химического, электронно-микроскопического и рентгенографического анализов определены основные этапы синтеза порошкового интерметаллида  $Nb_3Al$  в условиях гидридно-кальциевого метода при заданной температуре восстановления, что вносит вклад в понимание особенностей указанного метода получения порошковых материалов.

Применительно к проблематике диссертации результативно использованы классические приёмы в области порошковой металлургии изготовления компактного материала, современные методы физико-химического анализа, электронно-микроскопические исследования, высокотемпературные механические испытания;

– изложены экспериментальные методики гидридно-кальциевого синтеза тугоплавкого интерметаллида  $Nb_3Al$  и процесса консолидации порошкового сплава, этапы получения соединения  $Nb_3Al$ , реализуемые в условиях гидридно-кальциевого способа; технологические факторы, определяющие параметры получаемого материала;

– раскрыты проблемы, возникающие при вакуумном спекании гидридно-кальциевых порошков сплавов на основе  $Nb_3Al$ , связанные с процессом испарения легкоплавкого компонента – алюминия;

– изучена температурно-кинетическая характеристика процесса совместного восстановления оксидов  $Nb_2O_5 + Al_2O_3$  гидридом кальция, при получении интерметаллида  $Nb_3Al$ ;

– установлено, что гидридно-кальциевый синтез приводит к формированию интерметаллида  $Nb_3Al$  с растворённым в нём водородом вплоть до образования гидридных фаз типа  $Nb_3AlH_x$ ;

– проведено усовершенствование технологии получения компактного материала на основе  $Nb_3Al$ , заключающееся в использовании для вакуумного спекания порошка Nb-Al с повышенным содержанием алюминия для компенсации процесса его испарения, что обеспечивает возможность достижения требуемого состава;

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

– разработана технология получения компактных заготовок интерметаллида  $Nb_3Al$ , количество которого превышает 95 % масс., с минимальным уровнем пористости (не более 5 %);

– определены для процесса гидридно-кальциевого синтеза  $Nb_3Al$  оптимальные температурные и временные условия, при которых формируется заданный сплав; для процесса спекания определены оптимальные температуры, при которых достигается фактически беспористое состояние (пористость < 5 %);

– создана феноменологическая модель синтеза интерметаллида  $Nb_3Al$  при термической обработке смеси  $Nb_2O_5 + Al_2O_3 + CaH_2$ , по которой можно судить о механизме образования интерметаллида в условиях гидридно-кальциевого метода и оценить влияние технологических факторов на качество синтезированного продукта;

– представлены методические рекомендации для процессов синтеза порошковых сплавов на основе  $Nb_3Al$  и их консолидации, которые существенно повысили стабильность физико-химических свойств (химический и фазовый составы) материала.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании, с использованием точных измерительных приборов, лицензирован-

ных программ, показана воспроизводимость результатов исследования на контрольных выборках в условиях опытного производства;

– теория построена на известных литературных данных с применением классических подходов в области термодинамики, получения порошковых материалов, теории прессования и спекания. При составлении уравнения ползучести использованы известные положения теории ползучести. Полученные результаты согласуются с литературными источниками;

– идея базируется на анализе и обобщении научного и практического опыта процесса восстановления рудного сырья гидридом кальция, прессования и спекания металлических порошков в вакууме;

– использовано сравнение авторских данных по качеству порошков (химический, фазовый составы), изготовленных гидридно-кальциевым методом, с данными по материалу, получаемому методом реакционного спекания чистых порошков ниобия и алюминия;

– установлено качественное и количественное совпадение авторских результатов высокотемпературных механических испытаний  $Nb_3Al$  с данными, представленными в независимых источниках по данной тематике (работы D.L. Anton, D.M. Shah);

– использованы современные методики сбора и обработки информации. Для изучения структуры и локального химического состава порошковых и компактных материалов применяли методы электронной микроскопии, рентгенофазового анализа и микроанализа. Проведены высокотемпературные механические испытания образцов.

Личный вклад соискателя состоит в:

– проведении всех экспериментальных работ по получению порошковых образцов на основе интерметаллида  $Nb_3Al$ ;

– участия в изготовлении компактных материалов методами искрового плазменного спекания, прессования и спекания в вакууме;

– участия в опытах по измерению высокотемпературных механических свойств (сопротивление ползучести, прочностные свойства при одноосном растяжении и сжатии) на многофункциональном испытательном комплексе Gleeble System 3800;

– обработке и интерпретации экспериментальных результатов, формулировке выводов;

– подготовке основных публикаций по выполненной работе, включая четыре статьи в изданиях, рекомендованных ВАК РФ.

Тема диссертации, а также ее проблематика и содержание, соответствуют паспорту специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» (области исследований 1, 2 и 5).

Диссертация Юдина Сергея Николаевича «Разработка технологии получения компактного интерметаллида  $Nb_3Al$  из гидридно-кальциевого порошка» является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненного автором исследования процессов гидридно-кальциевого синтеза и консолидации порошковых тугоплавких материалов решена актуальная задача разработки опытного технологического процесса, позволяющего получать компактные заготовки на основе порошкового интерметаллида  $Nb_3Al$  с повышенным уровнем жаропрочных свойств, что вносит значительный вклад в развитие экономики страны.

На заседании 18 апреля 2018 г. диссертационный совет принял решение присудить Юдину Сергею Николаевичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 17 человек, из них 8 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 - 17, 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

18 апреля 2018 года

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

Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



О.Н. Фомина