

Министерство промышленности и торговли  
Российской Федерации  
Государственный научный центр  
Российской Федерации



Центральный  
научно-исследовательский  
институт черной металлургии  
им. И.П.Бардина

Федеральное государственное унитарное предприятие  
(ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина»)

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2

Тел. (495) 777-93-01; Факс (495) 777-93-00

ИНН/КПП 7701027596/770101001

E-mail: [chermet@chermet.net](mailto:chermet@chermet.net)

[www.chermet.net](http://www.chermet.net)

30, 03 20 18 г. № 48/330

На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый заместитель  
генерального директора ФГУП  
«ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»,  
кандидат технических наук

В.А. Углов

2018 г.

## О Т З Ы В

ведущей организации на диссертационную работу Юдина Сергея Николаевича «Разработка технологии получения компактного интерметаллида  $Nb_3Al$  из гидридно-кальциевого порошка», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Диссертация Юдина С.Н. затрагивает актуальный вопрос создания технологии получения порошкового компактного интерметаллида  $Nb_3Al$  с плотностью близкой к 100 % и контролируемым химическим и фазовым составами. Считается, что соединение  $Nb_3Al$  и сплавы на его основе – это перспективный жаропрочный материал с рабочей температурой, превышающей работоспособность никелевых жаропрочных сплавов. Однако на данном этапе развития производства изготовление  $Nb_3Al$  является сложной и комплексной задачей по причине высокой тугоплавкости соединения и существенной разницы физико-химических свойств ниобия и алюминия. В данной работе рассмотрена проблема получения алюминида ниобия в рамках технологий порошковой металлургии, сочетающей металлотермический (гидридно-кальциевый) синтез порошка Nb-Al требуемого состава с последующей консолидацией последнего. В настоящее время отсутствуют единые представления о механизме получения порошка  $Nb_3Al$  гидридно-кальциевым методом, нет сведений, касающихся консолидации порошкового продукта и, тем более, свойств компактного  $Nb_3Al$ , синтезированного гидридно-кальциевым методом.

Актуальность работы Юдина С.Н. подтверждена тем, что она выполнялась в рамках нескольких проектов (РФФИ, Фонд содействию малым формам предприятия в научно-технической сфере), включая проект РФФИ ориентированных фундаментальных исследований по актуальным междисциплинарным темам (офи\_м).

Цель настоящей работы заключается в разработке порошковой технологии изготовления интерметаллида  $Nb_3Al$  и сплавов на его основе с контролируемым химическим и фазовым составами, используя гидридно-кальциевый синтез порошка с последующей его консолидацией.

Научная новизна работы Юдина С.Н. заключается в развитии теоретических основ гидридно-кальциевого метода при синтезе тугоплавких веществ. Впервые и глубоко изучены процессы гидридно-кальциевого синтеза соединения  $Nb_3Al$ . Экспериментально

показано, что в ходе восстановления оксидного сырья ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) гидридом кальция происходит формирование тугоплавкого вещества ( $T_{\text{пл}} = 2060 \text{ }^\circ\text{C}$ ) при относительно низких температурах  $1100 - 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ , что составляет всего  $0,59 - 0,63$  от температуры плавления  $\text{Nb}_3\text{Al}$ . Для понимания сути происходящих процессов была составлена феноменологическая модель синтеза, заключающаяся в последовательном протекании следующих элементарных процессов: восстановление оксидов  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  расплавом кальция, растворение восстановленных металлов в расплаве кальция, структурообразование сплава в среде жидкого кальция и гомогенизация состава сплава в ходе изотермической выдержки. Полученные результаты являются серьёзным вкладом в развитие теоретических представлений синтеза порошковых сплавов в ходе достаточно сложного металлотермического процесса восстановления оксидов металлов гидридом кальция.

Впервые установлено, что в условиях гидридно-кальциевого метода формируются две изоморфные фазы с кристаллической решёткой типа A15, представляющие собой твёрдый раствор водорода в  $\text{Nb}_3\text{Al}$  и гидрид типа  $\text{Nb}_3\text{AlH}_x$ . Это обстоятельство является довольно важным, поскольку накладывает определённые ограничения на последующие операции консолидации.

Интересные результаты получены при исследовании процесса консолидации гидридно-кальциевых порошков на основе  $\text{Nb}_3\text{Al}$ . Показано, что в процессе вакуумного спекания происходит испарение алюминия. С одной стороны, это способствует получению двухфазных сплавов  $\text{Nb}_3\text{Al} +$  твёрдый раствор  $\text{Nb}(\text{Al})$  непосредственно в ходе спекания. С другой стороны, это требует соответствующей корректировки химического состава исходного порошка для компенсации угара алюминия. Автором установлено, что для формирования компактной заготовки со структурой  $\text{Nb}_3\text{Al} \pm 5 \%$  масс.  $\text{Nb}(\text{Al})$  исходный порошок должен содержать около  $7,4 \%$  масс.  $\text{Al}$ .

Научные и практические результаты работы могут быть интересны следующим организациям: ИМЕТ РАН г. Москва, ОАО «Полема» г. Тула, ОАО «Комполит» г. Королёв, ЦНИИ КМ «Прометей» г. Санкт-Петербург и др.

Основные результаты и выводы, сформулированные в диссертационной работе, являются достоверными и базируются на многочисленных экспериментально полученных автором данных. Для изучения механизма и кинетики образования  $\text{Nb}_3\text{Al}$  были синтезированы и исследованы модельные сплавы системы  $\text{Nb}-\text{Al}$ . Диссертационная работа выполнена с использованием классических и современных методов химического и структурного анализов, современного испытательного оборудования, например, экспериментальную оценку высокотемпературных механических свойств осуществляли на многофункциональном комплексе Gleeble System 3800. Результаты работы согласуются с теоретическими и практическими результатами, полученными другими авторами. Они воспроизводимы и опираются на физические явления, протекающие в изучаемых процессах, в них отсутствует внутренняя противоречивость.

Результаты диссертационной работы отражены в ведущих отечественных научно-технических журналах (4 статьи в изданиях, рекомендованных ВАК) доклады соискателя на многочисленных конференциях (12 конференций российского и международного уровня) указывают о её полноценной апробации.

Практическая значимость работы заключается в определении оптимальных параметров гидридно-кальциевого синтеза  $\text{Nb}_3\text{Al}$  (температура, время) и температуры

спекания для получения материала с контролируемым химическим и фазовым составами. Показана возможность использования таких методов консолидации, как искровое плазменное спекание и прессование + вакуумное спекание для получения заготовок с пористостью около 2 %. Предложено применение универсального испытательного комплекса Gleeble System 3800 для оценки высокотемпературных механических свойств (скорость ползучести, пределы текучести и прочности) хрупких интерметаллидных материалов. Кроме того, практическое значение работы закреплено патентом РФ №2624562 от 28.09.2016 на изобретение «Способ получения заготовок из сплавов на основе интерметаллидов системы Nb-Al».

Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов по работе, списка используемой литературы (255 источников); основной текст изложен на 170 страницах машинописного текста, содержит 71 рисунок и 30 таблиц.

Во введении сформулированы цель и задачи работы, охарактеризованы научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе представлен аналитический обзор имеющихся экспериментальных и теоретических исследований процесса получения интерметаллида Nb<sub>3</sub>Al, а также его свойств. Критическое рассмотрение таких известных методов изготовления Nb<sub>3</sub>Al, как традиционная металлургия, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, реакционное спекание, механическое легирование, алюмотермическое восстановление Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, позволило выделить их основные проблемы. Главный недостаток указанных способов заключается в том, что их продуктом является материал с неоднородным химическим и фазовым составами, особенно при получении больших объёмов интерметаллида. По результатам обзора автор обосновал гидридно-кальциевый метод, как перспективный способ получения гомогенного интерметаллида Nb<sub>3</sub>Al. В конце литературного обзора автор представил таблицу, где на основе анализа большого количества источников систематизировал различные свойства соединения Nb<sub>3</sub>Al, например, термодинамические, коррозионно-стойкие, упругие и др. На основании вышеизложенного сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе описаны современные и верифицированные методики исследования, использованные в работе. Представлены материалы и технологические режимы синтеза порошка, описаны технологии искрового плазменного спекания и прессования порошка с последующим спеканием. Указана геометрическая форма и размеры компактных образцов для изучения механических свойств на установке Gleeble System 3800.

В третьей главе представлены результаты исследования влияния технологических параметров гидридно-кальциевого синтеза (температура, время восстановления) на химический и фазовый составы порошкового продукта. Установлено, что процесс образования фазы Nb<sub>3</sub>Al типа A15 энергично протекает в температурном интервале 1100 – 1200 °С. Описан механизм синтеза тугоплавкого интерметаллида Nb<sub>3</sub>Al в реализуемых условиях гидридно-кальциевого метода. Определены основные формы присутствия кислорода в синтезированных порошковых сплавах на основе Nb<sub>3</sub>Al: оксидная плёнка (~79 % от общего содержания кислорода), влага (~ 19 %) и поверхностно адсорбированный кислород (~2 %). Синтезируемый порошок Nb<sub>3</sub>Al характеризуется сложным губчатым строением. Возможности метода были проверены при синтезе двух партий порошковых сплавов на основе Nb<sub>3</sub>Al с различным содержанием алюминия, каждая массой около 10 кг. Показано, что полученный материал отличается высокой химической и фазовой

однородностью. Определены основные физико-химические и технологические свойства порошкового продукта.

Четвертая глава посвящена разработке технологии консолидации порошковых сплавов на основе  $Nb_3Al$ . Показано, что как методом искрового плазменного спекания, так и прессованием и спеканием возможно получить плотные заготовки  $Nb_3Al$ . Установлено, что в ходе вакуумного спекания при температурах выше  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  происходит процесс испарения алюминия, выражающийся в смещении фазового равновесия в сторону ниобиевого угла на диаграмме состояния Nb-Al и, соответственно, появлению в структуре твёрдого раствора Nb(Al). Указанное явление не противоречит литературным данным. Определено, что для получения компактных сплавов с содержанием основной фазы ( $Nb_3Al$ ) более 95 % масс. (сплав Nb + ~5,8 % масс. Al) необходимо использовать исходный порошок Nb-Al с концентрацией алюминия не менее 7,4 % масс. Установлено влияние температуры спекания на конечную плотность спечённого материала. Автором определено, что температура спекания  $1700\text{ }^\circ\text{C}$  является оптимальной с точки зрения сохранения фазового состава и получения остаточной пористости не более 2 %. Воспроизводимость результатов подтверждена многочисленными экспериментами по изготовлению компактного материала массой от 1 до 2 кг.

В пятой главе описаны высокотемпературные механические свойства компактного интерметаллида  $Nb_3Al$ , содержащего твёрдый раствор Nb(Al) от 5 до 15 % масс. Соединение  $Nb_3Al$  (+ 5 % масс. Nb(Al)) в спечённом состоянии отличается повышенными прочностными свойствами и высоким сопротивлением ползучести. Механические испытания сплавов на основе  $Nb_3Al$  с различным содержанием твёрдого раствора Nb(Al) продемонстрировало тренд к уменьшению предела текучести с ростом количества Nb(Al) в структуре. Полученные результаты адекватно согласуются с литературными данными и подтверждают перспективность применения предложенной технологии для создания жаропрочных сплавов на основе интерметаллида  $Nb_3Al$ .

Основные выводы, положения диссертации основаны на результатах многочисленных экспериментов, собственных расчётов и анализе полученных закономерностей и являются достоверными.

Вместе с тем, по работе следует сделать следующие замечания и пожелания:

1. В гл. 3 рассматривается влияние технологических параметров процесса (температура, время) на синтез соединения  $Nb_3Al$ . Однако не приведены данные о влиянии этих факторов на дисперсность получаемых сплавов, которая является важной технологической характеристикой порошковых материалов.

2. В гл. 4 приведены данные о том, что при спекании в ходе консолидации происходит испарение ~ 1,0 – 1,5 % масс. Al. Считаем, это недостатком технологии, т.к. при серийном производстве этот факт приведёт к большим затратам на ремонт термического оборудования.

3. В работе не приведены данные по жаростойкости разработанного материала, хотя это свойство является одним из определяющих для жаропрочного материала.

4. Целесообразно было бы дать технико-экономическую оценку предлагаемого способа по сравнению с вероятными конкурентами.

Указанные замечания не затрагивают основные результаты и выводы, и не снижают высокой оценки представленной диссертационной работы. Содержание автореферата соответствует рукописи диссертации.

Диссертация Юдина Сергея Николаевича «Разработка технологии получения компактного интерметаллида  $Nb_3Al$  из гидридно-кальциевого порошка» является законченной научно-квалификационной работой, выполнена на высоком научном уровне, обладает несомненной актуальностью, научной новизной, достоверностью и обоснованностью представленных результатов.

Представленная С.Н. Юдиным работа отвечает требованиям п. 9 «Положения о порядке присуждении ученых степеней», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а её автор, Юдин Сергей Николаевич, заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Результаты работы доложены на заседании научно-технического совета Института порошковой металлургии ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» от 28 марта 2018 г., протокол № 1 .

Отзыв на диссертационную работу и автореферат С.Н. Юдина обсуждён на заседании научно-технического совета Института порошковой металлургии ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» от 28 марта 2018 г., протокол №1.

Председатель научно-технического совета  
Института порошковой металлургии  
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»,  
директор Института порошковой металлургии,  
лауреат премии Совмина СССР  
Скачков Олег Александрович  
Адрес: 105005, г. Москва, ул. Радио, д.23/9, стр.2  
тел. (495)777-9355  
E-mail: oa\_skachkov@mail.ru

О.А. Скачков

Заместитель директора  
Института порошковой металлургии  
ФГУП «ЦНИИчермет им.И.П.Бардина»  
кандидат технических наук, старший научный  
сотрудник  
05.16.06 Порошковая металлургия и  
композиционные материалы  
Гуляев Игорь Алексеевич  
Адрес: 105005, г. Москва, ул. Радио, д.23/9, стр.2  
тел. (495)777-9449  
E-mail: chermet@chermet.net

И.А. Гуляев

Подпись О.А. Скачкова и И.А. Гуляева заверяю:  
Ученый секретарь  
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



Т.П. Москвина