

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию Юдина С. Н.
«**Разработка технологии получения компактного
интерметаллида Nb_3Al из гидридно-кальциевого порошка**»
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные
материалы»

Поиски конструкционных материалов для использования при сверхвысоких температурах, по сравнению с суперсплавами на основе никеля, является необходимостью повышения эффективности аэрокосмической и энергетической отрасли, а также газотурбинных двигателей, работающих при более высоких температурах. Поэтому должны быть разработаны новые сверхвысокотемпературные материалы, которые могли бы работать при более высоких температурах ($> 1300^\circ C$) без необходимости охлаждения.

Актуальность работы:

На сегодняшний день Nb_3Al рассматривается как один из перспективных интерметаллидов в качестве основы высокотемпературных материалов, т. к. обладает оптимальным сочетанием относительно низкой плотности ($7,29 \text{ г/см}^3$) и высокой температуры плавления ($2060^\circ C$), а также сохраняет повышенную прочность при температурах вплоть до $0,8 \cdot T_{пл}$. Однако существуют факторы, которые препятствуют его применению: во – первых, существенная ликвация при его получении дуговой или индукционной плавкой, что приводит к сильному охрупчиванию. Во-вторых, существенная разница в температурах плавления Nb и Al затрудняет получение точного состава этого соединения, из-за частичного испарения алюминия. Таким образом, единственным приемлемым способом получения этого интерметаллида является использование методов порошковой металлургии. При этом получение компактного состояния является самостоятельной задачей.

Исходя из вышесказанного, **представленная работа является актуальной и своевременной.**

Практическая значимость подтверждена патентом РФ №2624562 от 28.09.2016 на изобретение «Способ получения заготовок из сплавов на основе интерметаллидов системы Nb - Al».

Диссертация построена канонически и состоит из введения, 5 глав и выводов, изложена на 170 страницах текста, включает 71 рисунок, 30 таблиц, библиографический список из 255 источников.

В первой главе диссертации (обзор литературы), представлен подробный обзор имеющихся публикаций, близких к теме работы. Показано, что в последние годы, наблюдается все возрастающий интерес к тугоплавкому алюминиду Nb_3Al , как основе новых жаропрочных сплавов, имеющих рабочую температуру выше $1200\text{ }^{\circ}C$. Критически рассмотрены методы получения интерметаллида Nb_3Al : классическая металлургия, самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), механическое легирование (МЛ), реакционное спекание и др. Показано, что все эти методы имеют ряд существенных недостатков, главный из которых – формирование неоднородного конечного продукта.

На основе критического обзора литературы **показано**, что для синтеза гомогенного по химическому и фазовому составу алюминида Nb_3Al в порошковом виде **целесообразно использовать метод совместного восстановления исходного оксидного сырья (Nb_2O_5 и Al_2O_3) гидридом кальция (гидридно-кальциевый метод)**. В обзоре при этом, отмечается, что указанным способом удалось получить гомогенные порошки важных алюминидов: $TiAl$, Ni_3Al , $NiAl$ и Zr_3Al_2 . Это, фактически, явилось **обоснование выбора метода** получения порошкового алюминида Nb_3Al , технология которого детально обсуждается во второй главе, представленной диссертационной работы.

Обзор литературы свидетельствует, что диссертант хорошо владеет литературой по затрагиваемым вопросам и имеет высокую эрудицию, что позволило **грамотно поставить задачи исследования и сформулировать цель работы**.

В главе 2, касающейся материалов и методик исследования детально представлена технология получения порошков тугоплавкого интерметаллида Nb_3Al

методом гидридно - кальциевого синтеза (приведена технологическая схема синтеза интерметаллида).

Для контроля состава продуктов реакции на различных этапах использовали спектральный атомно-эмиссионный метод, также определялось общее значения содержания газообразующих примесей в порошках и компактных образцах.

Для анализа компактированных образцов были использованы взаимодополняющие методы исследования: **оптическая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, рентгенофазовый анализ, микрорентгеноспектральный анализ.**

Анализировались физические и технологические свойства порошков: размер частиц и их морфология, насыпная плотность, плотность после утряски, текучесть и уплотняемость. Все эти параметры определялись согласно соответствующих ГОСТов, что свидетельствует о **достоверности и воспроизводимости получаемых результатов.**

В работе представлены два способа консолидации получаемых порошков: искровое плазменное спекание (ИПС), также прессование и вакуумное спекание.

Для контроля компактирования предварительно проводились дилатометрические исследования в широком температурном интервале.

Для **получения достоверной информации** о механических свойствах компактных образцов был проведен ряд термомеханических испытаний включающих в себя: получения температурной зависимости скоростей ползучести, упругих констант (модуль Юнга, E), условного предела текучести ($\sigma_{0,2}$) в широком диапазоне температур. Также были установлены прочностные характеристики материала при испытаниях на растяжение при различных температурах, кроме того, были проведены измерения твердости и микротвердости.

В **третьей главе** представлен детальный физико-химический анализ процессов, проходящих на различных стадиях синтеза интерметаллида Nb_3Al из оксидов Nb_2O_5 и Al_2O_3 гидридно-кальциевым методом.

Предложенная феноменологическая модель позволила выявить основные факторы, влияющие на гидридно-кальциевый процесс, - реакция восстановления,

растворимость компонентов сплава в жидком кальции, температура процесса и время изотермической выдержки.

Четвертая глава посвящена проблеме консолидации полученных порошков, на основе интерметаллида Nb_3Al . Эта проблема имеет самостоятельное значение для порошковой металлургии, т.к. связана с твердофазными процессами, в результате которых должен быть получен высокоплотный материал. Для получения компактных заготовок интерметаллида Nb_3Al были сравнены две технологические схемы, - метод искрового плазменного спекания (ИПС) и посредством прессования с последующим вакуумным спеканием (П+С). Показано, что в обоих случаях можно получать компактные образцы с относительной плотностью не менее 95 – 98 %.

Сделан **практически важный вывод**, что для получения компактной заготовки с фазовым составом, отвечающим соединению Nb_3Al , следует использовать порошок с увеличенной концентрацией алюминия относительно фазы Nb_3Al . Это позволяет контролировать химический и фазовый составы сплава на стадии консолидации.

В пятой главе показаны результаты оценки некоторых механических и физических свойств компактных образцов на основе интерметаллида Nb_3Al . В частности, высокотемпературные механические свойства, компактных образцов.

Показано, что интерметаллид Nb_3Al , полученный по разработанной в диссертации технологии, в спеченном состоянии отличается повышенным сопротивлением ползучести и относительно высокими прочностными свойствами в интервале температур 1273 – 1673 К.

По работе следует сделать несколько замечаний:

1. В работе представлены исходные характеристики использованных материалов (оксидов) (табл. 7), поэтому обнаружение на микрорентгеноспектральном анализе (стр. 90) ~ 27,88 ат. % Та является неожиданным.
2. Автор утверждает, что данные микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) полностью сходятся с фазовым составом порошков. Однако, как видно из соответствующих микроструктур (стр. 85 - 86), порошки характеризуется губчатым строением с большой развитой поверхностью и отдельные порошинки имеют

размеры сопоставимые с размерами электронного зонда и поэтому МРСА носит скорее качественный характер.

3. В выводах указано, что «для получения заготовок, имеющих более 95 масс. % фазы Nb_3Al , следует использовать гидридно-кальциевый порошок, содержащий алюминия на 1,0 – 1,2 % масс. больше, чем стехиометрический состав интерметаллида Nb_3Al ». Не совсем понятно, послужит ли избыточный оксид алюминия компенсации алюминия в интерметаллиде или даст дополнительное количество Al_2O_3 в микроструктуре, хотя, на стр. 130 указано, что наличие Al_2O_3 способствует «замедлению ползучести».

В работе имеется ряд технических погрешностей:

4. Не было необходимости, дублировать публикации по работе, указывая одни и те же статьи в переводных вариантах журналов «Неорганические материалы» - «Inorganic Materials», «Перспективные материалы» - «Inorganic Materials: Applied Research».

5. Неправильное оформление ряда ссылок в списке использованных источников, - 22, 28, 41, 83, 87, 94, 96, 98, 99, 101, 106, 111 и др...

Следует отметить отличное оформление работы в целом.

Содержание полностью автореферата соответствует диссертации, а основные результаты опубликованы в рецензируемых научных изданиях и положительно апробированы на ряде российских и международных конференций и семинаров.

Приведенные замечания не влияют на высокую оценку представленной диссертационной работы. Работа соответствует требованиям п. 8 «Положения о присуждении ученых степеней»: в работе комплексом методов обоснована и решена конкретная задача современного материаловедения и химии твердого тела по обоснованию и разработке технологии получения порошка интерметаллида Nb_3Al при использовании гидридно-кальциевого метода и его последующей консолидации.

Считаю, что по актуальности, научной новизне и практической значимости полученных экспериментальных результатов, а также сформулированных выводов, диссертационная работа Сергея Николаевича Юдина «Разработка технологии

получения компактного интерметаллида Nb₃Al из гидридно-кальциевого порошка» полностью соответствует требованиям ВАК, а ее автор достоин присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Ведущий научный сотрудник

Химического факультета
МГУ им. М.В. Ломоносова,
кандидат химических наук

В.К. Портной

И.о. декана
Химического факультета
МГУ им. М.В. Ломоносова,
чл.- корр. РАН, профессор



С.Н. Калмыков

Портной Валерий Кимович
Ведущий научный сотрудник, кандидат химических наук,
По специальности: 02.00.01 «Неорганическая химия».
Химический факультет Московского государственного университета им. М.В.
Ломоносова,
Адрес организации: 119991, Москва, Ленинские горы, дом 1, строение 3, ГСП-1, МГУ,
химический факультет
Тел.: 8(495) 939 1292 Моб. 8 (903) 7490775
e-mail: valeri.portnoy@gmail.com

28.03.2018