

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию
Каракозова Батыржана Кумекбаевича

«Структура и свойства гетерофазных материалов интерметаллидного класса на основе Ti-Al-Nb, полученных SPS спеканием», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 - Материаловедение (в машиностроении)

Актуальность избранной темы.

В настоящее время создание новых высокоэффективных машин становится невозможным без использования принципиально новых конструкционных материалов, к которым относятся, в том числе, сплавы на основе интерметаллидных фаз γ -TiAl и α_2 -Ti₃Al. Одним из эффективных методов получения высококачественных изделий из порошковых алюминидов титана является процесс искрового плазменного спекания - Spark Plasma Sintering (SPS), заключающийся в совместном воздействии на порошковый материал кратковременного (10^{-3} -- 10^{-5} с) мощным электрическим разрядом (энергия в разряде 1 – 100 кДж) и механического давления. Полученные методом SPS материалы обладают высоким уровнем однородности структуры, близкой к теоретической плотности, а также высокими механическими и эксплуатационными свойствами. Несмотря на то, что способ электроразрядного спекания порошков и специальное оборудование для его реализации разрабатывались в Институте проблем материаловедения АН СССР под руководством А.И. Райченко с 1973 года, многие вопросы связанные с механизмами формирования контактов, массопереноса при различных технологических параметрах остались неизученными. Большой интерес вызывают в последнее время технологии получения материалов на основе алюминидов титана, как возможных аккумуляторов водорода. Все это указывает, что исследования получения и изменения структурно-фазовых состояний материалов на основе системы Ti-Al-Nb, полученных методом SPS, являются весьма актуальными.

Структура диссертационной работы. Содержание работы соответствует теме, цели и задачам исследований, сформулированных автором. Структура диссертации содержит: введение, в котором представлена общая характеристика работы; пять глав, в которых автор излагает основное

содержание работы; заключение; список литературы, содержащий 168 литературных источников и приложений, представленных актами использования результатов диссертационной работы в учебном процессе и в филиале «Института атомной энергии» РГП НЯЦ РК. Структура диссертационной работы и автореферата соответствует требованиям ГОСТ Р 7.0.11 - 2011 «Диссертация и автореферат диссертации. Структура и правила оформления».

Во введении обоснована актуальность темы диссертационного исследования, отмечена степень разработанности решаемой проблемы, сформулированы цель и задачи. Также во введении приведены научная новизна работы, ее теоретическая и практическая значимость, методология и методы исследования, положения, выносимые на защиту. В конце введения приведена информация об апробации результатов диссертационной работы и основных публикациях по теме исследования.

Первая глава диссертации посвящена аналитическому обзору литературы, посвященной получению и использованию материалов на основе системы Ti-Al-Nb в различных отраслях промышленности. Показана перспективность получения интерметаллидов с орторомбической Ti_2AlNb -фазой методом SPS. Сформулированы задачи диссертационной работы.

Во **второй главе** работы дано описание исходных материалов, методик исследования и используемого оборудования. В качестве исходных материалов выбраны порошок титана ПТК-1 с размером частиц 20-30 мкм; порошок ниобия НБП-1а с размером частиц 10 – 63 мкм и порошок алюминия с размером частиц 5 мкм. Приведены и обоснованы режимы подготовки шихты, ее механоактивации и метода SPS. Дано описание методик, применяемых для исследования структуры и комплекса свойств сформированных материалов.

Третья глава диссертационной работы посвящена анализу влияния температуры спекания на механические свойства, микроструктуру и структурно-фазовое состояние материалов на основе Ti-Al-Nb, полученных методом SPS. Рентгенофазовый анализ образцов, полученных при температурах спекания 800°-1000 °С, показал наличие следующих фаз: металлического ниобия β -Nb, интерметаллидных фаз Ti_3Al с гексагональной решеткой и TiAl с тетрагональной решеткой. Выявлены зависимости протекающих фазовых превращений от температуры, например, при температуре 1000 °С наблюдается двукратное уменьшение содержания β -Nb и

увеличение интенсивности линий фазы Ti_3Al на 30%. На основании проведенных исследований показано, что увеличение температуры спекания от 800° до $1550^\circ C$ приводит к росту микротвердости спеченных образцов в связи с образованием ряда интерметаллидных фаз.

В четвертой главе диссертационной работы представлены результаты выбора оптимального режима абсорбции-десорбции водорода в сплавах на основе Ti-Al-Nb и исследования их структурно-фазового состояния после этого процесса. Выявлено, что скорость абсорбции/десорбции водорода орторомбической фазой Ti_2AlNb значительно зависит от температуры нагрева.

Пятая глава диссертации приведены рекомендации по оптимизации технологии и применению высокосорбционных гетерофазных материалов на основе системы Ti-Al-Nb. Полученные при выполнении работы данные используются в Филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК в рамках пилотных межгосударственных инновационных проектов, а также нашли применение в учебном процессе при реализации образовательных программ в области материаловедения, порошковой металлургии и композиционных материалов

В заключении представлены основные результаты, полученные в диссертационной работе, свидетельствующие о достижении цели, поставленной перед диссертантом.

Соответствие темы и содержания диссертации научной специальности.

Диссертационная работа соответствует паспорту специальности 05.16.09 - Материаловедение (в машиностроении), в частности следующим областям исследований:

1. Теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры материалов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности материалов и изделий;

2. Установление закономерностей физико-химических и физико-механических процессов, происходящих на границах раздела в гетерогенных структурах;

4. Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых материалов, обладающих уникальными функциональными, физико-механическими, эксплуатационными и

технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой.

Оценка степени обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций.

Научные положения, изложенные в работе, базируются на современных мировоззрениях и общих тенденциях в областях понимания процессов, происходящих при *SPS*-процессах, оценке взаимосвязей физико-механических воздействий на материал с изменением его структуры, и, в конечном итоге, его характеристик, представленных в работах, которые автор проанализировал в первой главе диссертации.

Основные выводы получены в результате использования апробированных методик исследования с применением современного оборудования для исследований структуры материалов, а также проведением необходимого и достаточного количественного статистико-математического анализа получаемых результатов.

Основные положения работы опубликованы автором в соавторстве в 3 статьях в журналах, рекомендованных ВАК России, 3 статьях в журналах, входящих в базу данных Thomson Reuters и SCOPUS и 6 докладах и тезисах в сборниках трудов и материалов Международных конференций. По предложенным в работе техническим решениям получен один патент Республики Казахстан на изобретение. Все это в полной мере соответствует требованиям и 13 Постановления Правительства Российской Федерации № 842 «О порядке присуждения ученых степеней».

Результаты диссертационной работы используются в ФГБОУ ВО «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова» и Филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК.

Оценка достоверности и новизны диссертации.

Достоверность основных научных положений, выводов и рекомендаций определяется высокой степенью сходимостью теоретических данных и экспериментальных результатов, а также общей согласованностью с современными положениями об исследуемом направлении в научной среде. Представленные в работе исследования были проведены с использованием современного оборудования для металлографических исследований и количественного статистико-математического анализа получаемых

результатов.

Основной научной новизной работы, по мнению автора, являются:

- разработаны режимы SPS обеспечивающие формирование интерметаллидных соединений Ti_3Al , Nb_2Al и Ti_2AlNb (с орторомбической фазой), и установлено, что с увеличением температуры спекания от $1100^\circ C$ до $1550^\circ C$ происходит увеличение содержания орторомбической Ti_2AlNb -фазы от 13 до 47 масс.%. (при этом наблюдается уменьшение содержания свободных (непрореагировавших) частиц титана и ниобия до 4 масс.%.);

- в результате экспериментальных исследований фазового состава и структуры SPS-соединений системы Ti-Al-Nb установлены основные режимы образования орторомбической фазы Ti_2AlNb в материалах и выявлены структурные типы фаз и уточнены температурные интервалы их существования;

- изучены изменения структурно-фазового состояния спеченного состава на основе системы Ti-Al-Nb до и после наводороживания и установлено, что процесс поглощения и выделения водорода материалом на основе системы Ti-Al-Nb наиболее эффективен при низком давлении (45 Торр).

Теоретическая и практическая значимость работы:

1. Установлены режимы SPS, которые обеспечивают формирование материала, максимально приближенного к теоретической плотности композита ($4,9 \text{ г/см}^3$).
2. Разработаны практические рекомендации применения метода SPS для получения материалов на основе интерметаллических соединений Nb_2Al , Ti_3Al с орторомбической Ti_2AlNb -фазой.
3. Получен патент РК на изобретение, конечным результатом которого является получение перспективного для водородопоглощения интерметаллида Ti_2AlNb на основе орторомбической решетки.

Замечания по работе.

По диссертации имеются следующие замечания:

1. Формулировки 2 и 3 пунктов научной новизны содержат только констатацию проведенных исследований, но не определяют какие новые явления или механизмы были раскрыты в ходе этих исследований.

2. Не совсем понятно высказанное в п.3. научной новизны утверждение «Установлено, что процесс поглощения и выделения водорода материалом на основе системы Ti-Al-Nb наиболее эффективен при низком давлении (45 Торр)». Обычно поглощение эффективно при высоких давлениях, а выделение

в вакууме. В тексте диссертации лишь упомянуто, что «...это подтверждается поглощением водорода при достаточно низком давлении (всего лишь 45 Торр.), что можно объяснить ускорением диффузии в системе Ti-Al, легированной Nb».

3. С некоторыми утверждениями автора трудно согласиться, например, на стр. 67 указано: «Полученный результат исследования распределения элементов в структуре материала показывает гомогенное распределение элементов в образце. Таким образом, результаты микрорентгеноспектрального анализа подтверждают образование интерметаллидов Nb₂Al, Ti₃Al и орторомбической Ti₂AlNb-фазы, наблюдаемые в структуре материала на основе системы Ti-Al-Nb после спекания при 1550 °С». Однако при гомогенном распределении элементов должна образовываться одна фаза, а не три.

4. Названия некоторых рисунков и таблиц диссертации не в полной мере соответствуют их содержанию или положениям, которые они должны иллюстрировать, например, рис. 3.19 «Зависимость плотности материала на основе системы Ti-Al-Nb от температуры спекания» не соответствует ссылке на него на стр. 75, а в таблице 3.8 «Плотность и фазовый состав материала на основе системы TiAl-Nb при разных температурах спекания» данные по плотности отсутствуют.

5. В тексте диссертации приводится ошибочная плотность алюминидов титана (4,5 - 5 г/см³). По общепринятым данным плотность Ti₃Al – 4,3 г/см³, TiAl – 3,9 г/см³, TiAl₃ – 3,4 г/см³.

6. Высказывание на стр. 78 «Как видно из рисунка 3.20, увеличение температуры спекания от 800° до 1550 °С приводит к увеличению значений микротвердости спеченных образцов, что косвенно связано с ростом плотности образцов» не соответствует физическому смыслу измерения микротвердости, так как невосстановленный отпечаток отражает локальную пластическую деформацию одного зерна композита при внедрении индентора под заданной нагрузкой, которая не зависит от плотности композита в целом.

7. Один из выводов главы 3 «В спеченных образцах при температурах 800°-900 °С не обнаружено образование интерметаллидов, так как взаимная растворимость в системе TiAl-Nb начинается при температуре выше 900 °С», не соответствует дифрактограммам образцов, полученных при спекании при 800 и 900°С (рис. 3.17), на которых присутствуют характеристические рефлексы интерметаллидов.

Заключение.

Диссертация «Структура и свойства гетерофазных материалов интерметаллидного класса на основе Ti-Al-Nb, полученных SPS спеканием» является законченной научно-квалификационной работой, в которой представлено решение научной задачи: установить закономерности формирования структуры и свойств гетерофазных материалов интерметаллидного класса, полученных методом SPS-спекания из порошковых смесей Ti-Al-Nb с орторомбической фазой - Ti_2AlNb , имеющей важное значение для развития материаловедения. Автореферат соответствует содержанию диссертации. Актуальность избранной темы несомненна, представленные научные положения, выводы и рекомендации обоснованы.

Диссертационная работа соответствует требованиям п.9 Постановления Правительства Российской Федерации № 842 «О порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Каракозов Батыржан Кумекбаевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидат технических наук по специальности 05.16.09 - Материаловедение (в машиностроении).

Официальный оппонент,
доктор технических наук
по специальности 05.16.09
«Материаловедение (в
машиностроении)», доцент,
заведующий кафедрой
«Материаловедение и
композиционные материалы»,
ФГБОУ ВО «Волгоградский
государственный технический
университет

Гуревич Леонид Моисеевич

Восточный восток 27.11.2018
Л. М. Гуревич

С ознакомлением

29.11.2018г

Б. Каракозов

Адрес места работы:

Федеральное государственное б
образования «Волгоградский го
Волгоград, проспект им. В.И. Ле
Телефон: 8 (844-2) 24-80-94

овательное учреждение высшего
еский университет», 400006, г.
tu.ru Сайт вуза: <http://www.vstu.ru>

Гуревича Л. М.
ПРОВЕРЯЮ 21 ноября 2018
нач. общего отдела (подпись)